

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-272991

(43)Date of publication of application : 03.10.2000

---

(51)Int.Cl.

C30B 11/00

C30B 29/12

G02B 1/02

---

(21)Application number : 2000-012324

(71)Applicant : CANON INC

(22)Date of filing : 20.01.2000

(72)Inventor : AMAMIYA MITSUAKI

---

(30)Priority

Priority number : 11012506

Priority date : 20.01.1999

Priority country : JP

11012507

20.01.1999

JP

---

**(54) METHOD AND DEVICE FOR PRODUCING CRYSTAL ARTICLE AND TEMPERATURE-MEASURING DEVICE USED THEREFOR AND FEED- THROUGH**

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a device for producing a crystal article, capable of inhibiting the generation and increase of a supercooled region and capable of growing an uniform crystal.

**SOLUTION:** This device for producing a crystal article is provided with a crystal growth oven which has a crucible for receiving a raw material, a heater for melting a raw material received in the crucible and a moving means for relatively moving the crucible to the heater, and is used for cooling the raw material melted in the crucible and thereby growing the crystal. Therein, the improvement comprises detecting the generation of latent heat from the temperature change of the crucible or heater or the change of a heat flow speed, determining the speed of the crystal growth and the position of a solid- liquid interface, and controlling the lowering speed of the crucible or a temperature distribution so that the growth speed is a prescribed value.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-272991

(P 2000-272991 A)

(43) 公開日 平成12年10月3日(2000.10.3)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
C 3 0 B 11/00		C 3 0 B 11/00	Z
29/12		29/12	
G 0 2 B 1/02		G 0 2 B 1/02	

審査請求 未請求 請求項の数51 O L (全 25 頁)

(21) 出願番号 特願2000-12324(P2000-12324)

(22) 出願日 平成12年1月20日(2000.1.20)

(31) 優先権主張番号 特願平11-12506

(32) 優先日 平成11年1月20日(1999.1.20)

(33) 優先権主張国 日本(J P)

(31) 優先権主張番号 特願平11-12507

(32) 優先日 平成11年1月20日(1999.1.20)

(33) 優先権主張国 日本(J P)

(71) 出願人 000001007  
キャノン株式会社  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(72) 発明者 雨宮 光陽  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号キャノン  
株式会社内

(74) 代理人 100088096  
弁理士 福森 久夫

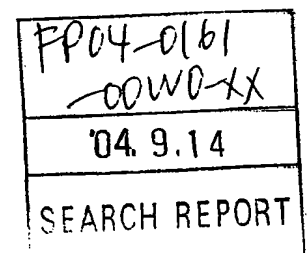
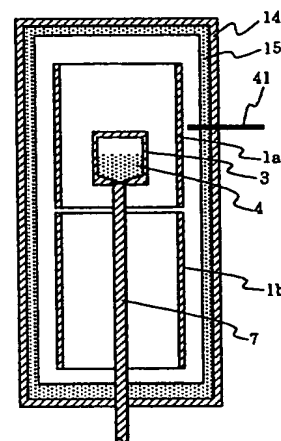
(54) 【発明の名称】 結晶物品の製造方法及び製造装置並びにそれに用いられる温度測定装置及びフィードスルー

## (57) 【要約】

【課題】 過冷却領域の発生や増大を抑制し、均一な結晶成長を行う。

【解決手段】 本発明は、原料を収容する坩堝と前記坩堝に収容された前記原料を融解する為の加熱器と前記坩堝を前記加熱器に対して相対的に移動させる移動手段とを有する結晶成長炉を備え、前期坩堝内で融解された前記原料を冷却し結晶成長させる結晶物品の製造装置において、るつぼやヒーターの温度変化或いは熱流速の変化から潜熱の発生を検出するとともに、結晶成長速度及び固液界面の位置を求め、成長速度が所定の値になるようにるつぼの降下速度を制御したり、温度分布を制御したりする。

従来技術



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 原料を収容する坩堝と前記坩堝に収容された前記原料を融解する為の加熱器と前記坩堝を前記加熱器に対して相対的に移動させる移動手段とを有する結晶成長炉を備え、前記坩堝内で融解された前記原料を冷却し結晶成長させる結晶物品の製造装置において、前記原料の温度を検出する検出器と、前記検出器により検出された温度変化に基いて、前記結晶成長炉を制御することを特徴とする結晶物品の製造装置。

【請求項 2】 前記検出器は前記坩堝、前記坩堝の支持棒、前記加熱器の少なくとも何れかに取り付けられた熱電対である請求項 1 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 3】 前記検出器は、前記坩堝と前記加熱器との間に配された熱電対である請求項 1 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 4】 前記結晶成長炉の制御とは、結晶成長速度の変化を抑制するように制御することである請求項 1 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 5】 前記結晶成長炉の制御とは、前記原料の固液界面の位置ずれを抑制するように制御することである請求項 1 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 6】 前記結晶成長炉の制御とは、前記坩堝の移動速度を変更することである請求項 1 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 7】 前記結晶成長炉の制御とは、前記温度の不連続な変化が生じた場合或いは、前記坩堝が所定の温度又は位置にあるにもかかわらず前記温度の不連続な変化が生じない場合に、前記坩堝の移動を遅くすることである請求項 1 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 8】 前記結晶成長炉の制御とは、前記坩堝の温度分布を変更することである請求項 1 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 9】 前記結晶成長炉の制御とは、前記温度の不連続な変化が生じた場合或いは、前記坩堝が所定の温度又は位置にあるにもかかわらず前記温度の不連続な変化が生じない場合に、前記坩堝の底の中心温度を低くすることである請求項 1 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 10】 前記結晶成長炉の制御とは、前記坩堝に振動を与えることである請求項 1 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 11】 前記結晶成長炉の制御とは、前記坩堝が所定の温度又は位置にあるにもかかわらず前記温度の不連続な変化が生じない場合に、前記坩堝に振動を与えることである請求項 1 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 12】 前記結晶成長炉の制御とは、前記原料の潜熱による前記温度の不連続な変化が生じた場合に、前記原料の固液界面の位置ずれを抑制するように制御することである請求項 1 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 13】 前記原料の等温面が、液相側に凸になるように、前記結晶成長炉の制御を行う請求項 1 に記載

の結晶物品の製造装置。

【請求項 14】 前記検出器は、結晶成長方向と交差する面内に複数設けられており、前記複数の検出器により検出された温度に基いて、前記結晶成長炉を制御する請求項 1 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 15】 前記検出器は、結晶成長方向と交差する面内に複数設けられており、前記複数の検出器により検出された温度に基いて、前記原料の等温面が、液相側に凸になるように、前記結晶成長炉の制御するとともに、前記原料の温度の不連続な変化が生じた場合に、前記原料の等温面の凸の程度を変更するように、前記結晶成長炉の制御する請求項 1 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 16】 原料を収容する坩堝と前記坩堝に収容された前記原料を融解する為の加熱器と前記坩堝を前記加熱器に対して相対的に移動させる移動手段とを有する結晶成長炉を備え、前記坩堝内で融解された前記原料を冷却し結晶成長させる結晶物品の製造装置において、前記原料の温度を検出する為の検出器を結晶成長方向と交差する面内に複数設け、前記複数の検出器により検出された温度に基いて、前記原料の等温面が、液相側に凸になるように、前記結晶成長炉を制御することを特徴とする結晶物品の製造装置。

【請求項 17】 前記原料の温度の不連続な変化が生じた場合に、前記原料の等温面の凸の程度が小さくなるように、前記結晶成長炉を制御する請求項 16 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 18】 原料を収容する坩堝と前記坩堝に収容された前記原料を融解する為の加熱器と前記坩堝を前記加熱器に対して相対的に移動させる移動手段とを有する結晶成長炉を備え、前記坩堝内で融解された前記原料を冷却し結晶成長させる結晶物品の製造装置において、前記結晶成長炉の熱流速を測定する為の測定器を設け、前記測定器により測定された熱流速変化に基いて、前記結晶成長炉を制御することを特徴とする結晶物品の製造装置。

【請求項 19】 前記測定器は、それぞれ異なる位置に設けられた複数の温度検出器を有する請求項 18 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 20】 前記検出器は前記坩堝又は前記坩堝の支持棒の少なくとも何れかに取り付けられた熱電対である請求項 19 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 21】 前記検出器は、前記坩堝の支持棒と前記加熱器との間に配された熱電対である請求項 19 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 22】 前記結晶成長炉の制御とは、結晶成長速度の変化を抑制するように制御することである請求項 18 に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項 23】 前記結晶成長炉の制御とは、前記原料の固液界面の位置ずれを抑制するように制御することで

ある請求項18に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項24】 前記結晶成長炉の制御とは、前記坩堝の移動速度を変更することである請求項18に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項25】 前記結晶成長炉の制御とは、前記熱流速の不連続な変化が生じた場合或いは、前記坩堝が所定の温度又は位置にあるにもかかわらず前記熱流速の不連続な変化が生じない場合に、前記坩堝の移動を遅くすることである請求項18に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項26】 前記結晶成長炉の制御とは、前記坩堝の温度分布を変更することである請求項18に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項27】 前記結晶成長炉の制御とは、前記熱流速の不連続な変化が生じた場合或いは、前記坩堝が所定の温度又は位置にあるにもかかわらず前記熱流速の不連続な変化が生じない場合に、前記坩堝の底の中心温度を低くすることである請求項18に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項28】 前記結晶成長炉の制御とは、前記坩堝に振動を与えることである請求項18に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項29】 前記結晶成長炉の制御とは、前記坩堝があ所定の温度又は位置にあるにもかかわらず前記熱流速の不連続な変化が生じない場合に、前記坩堝に振動を与えることである請求項18に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項30】 前記結晶成長炉の制御とは、前記原料の潜熱による前記熱流速の不連続な変化が生じた場合に、前記原料の固液界面の位置ずれを抑制するように制御することである請求項18に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項31】 前記原料の等温面が、液相側に凸になるように、前記結晶成長炉の制御を行う請求項18に記載の結晶物品の製造装置。

【請求項32】 原料を収容する坩堝と前記坩堝に収容された前記原料を融解する為の加熱器と前記坩堝を前記加熱器に対して相対的に移動させる移動手段とを有する結晶成長炉を備え、前記坩堝内で融解された前記原料を冷却し結晶成長させる結晶物品の製造装置にお前記原料の潜熱の発生を検出する検出手段を設け、前記検出手段からの潜熱の発生情報に基づいて、前記結晶成長炉を制御することを特徴とする結晶物品の製造装置。

【請求項33】 請求項1に記載の結晶物品の製造装置を用いて、結晶物品の製造を行うことを特徴とする結晶物品の製造方法。

【請求項34】 請求項16に記載の結晶物品の製造装置を用いて、結晶物品の製造を行うことを特徴とする結晶物品の製造方法。

【請求項35】 請求項18に記載の結晶物品の製造装置を用いて、結晶物品の製造を行うことを特徴とする結

晶物品の製造方法。

【請求項36】 請求項32に記載の結晶物品の製造装置を用いて、結晶物品の製造を行うことを特徴とする結晶物品の製造方法。

【請求項37】 弗化物結晶を成長させる結晶成長炉に設けられる熱電対において、互いに異なる材料からなる一対の素線と、少なくとも1つの該素線の周囲に設けられたシース管と、を有し、該シース管がタンタルを主成分とする金属又は酸化アルミニウムを主成分とするセラミックからなることを特徴とする熱電対。

【請求項38】 弗化物原料を収容する坩堝と前記坩堝に収容された前記原料を融解する為の加熱器と前記坩堝を前記加熱器に対して相対的に移動させる移動手段とを有する結晶成長炉を備え、前記坩堝内で融解された前記原料を冷却し結晶成長させる結晶物品の製造装置において、互いに異なる材料からなる一対の素線と、少なくとも1つの該素線の周囲に設けられた管と、を有し、該管がタンタルを主成分とする金属又は酸化アルミニウムを主成分とするセラミックからなる熱電対を有し、前記熱電対による温度情報に基づいて、前記結晶成長炉を制御することを特徴とする結晶物品の製造装置。

【請求項39】 請求項38に記載の結晶物品の製造装置を用いて、弗化物結晶物品の製造を行うことを特徴とする結晶物品の製造方法。

【請求項40】 移動物体の温度を熱電対を用いて測定する温度測定装置であって、前記熱電対の素線とリード線とを接続する接続部及び該リード線の設置点における温度が500℃以下となるように該接続部及び該リード線を設けることを特徴とする温度測定装置。

【請求項41】 前記温度が500℃以下となるように、前記設置点を冷却する手段を有する請求項40に記載の温度測定装置。

【請求項42】 前記移動物体はるつぼであることを特徴とする請求項40に記載の温度測定装置。

【請求項43】 前記熱電対の素線とリード線とを接続する接続部及び該リード線が、該熱電対を収納するフランジ内に設けられ、該フランジは温度が500℃以下の部材に取り付けられていることを特徴とする請求項40に記載の温度測定装置。

【請求項44】 前記熱電対の素線とリード線とを接続する接続部が、前記移動物体を支える支持手段の内部に設けられていることを特徴とする請求項40に記載の温度測定装置。

【請求項45】 前記移動物体は減圧可能なチャンバ内に配置され、該チャンバには該チャンバ内を減圧するための真空ポンプが接続される排気ポートが設けてあり、前記熱電対の素線とリード線とを接続する接続部と該リード線は該排気ポート内に位置し、該接続部と該移動物体との間には遮蔽体を設けたことを特徴とする請求項40に記載の温度測定装置。

【請求項46】 内部を真空としたチャンバ中に配置された移動物体の温度を熱電対を用いて測定する温度測定装置であって、該熱電対を該チャンバから取り出すためのフランジを該移動物体と共に移動させる手段を備えたことを特徴とする温度測定装置。

【請求項47】 前記移動物体はるつぼであることを特徴とする請求項46に記載の温度測定装置。

【請求項48】 前記るつぼはフッ化カルシウム製造用のるつぼであることを特徴とする請求項46に記載の温度測定装置。

【請求項49】 内部を真空としたチャンバ内から熱電対を取り出すために用いる熱電対のフィードスルーにおいて、

絶縁物質からなる円筒の軸方向に貫通穴を設け、前記熱電対の素線又は補償導線を該貫通穴に通し該貫通穴の周囲を絶縁性の接着剤で固め、該円筒と該円筒を設置する前記チャンバのプレートとの間にOリングを設けることを特徴とする熱電対のフィードスルー。

【請求項50】 前記円筒に通す熱電対の素線が1本又は1対であることを特徴とする請求項49に記載の熱電対のフィードスルー。

【請求項51】 前記円筒が取り付けられる前記チャンバのフランジ面を、重力に対して垂直方向もしくは該垂直方向から重力方向に傾けて配置することを特徴とする請求項49に記載の熱電対のフィードスルー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、結晶物品の製造装置及び結晶物品の製造方法に係る。より詳細には、屈折率の均質性に優れた大口径単結晶光学部品となり得る結晶物品の製造装置及び製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 単結晶物品として、フッ化カルシウム結晶を例に挙げて説明する。近年、半導体露光装置に高解像力が要求されるにつれてKr-F線(248nm)、Ar-F線(193nm)等より波長の短いエキシマレーザの使用が求められつつある。これに伴い、これらの波長に対して高透過率かつ低分散であるCaF<sub>2</sub>の結晶である蛍石が注目されている。また、高解像力を達成するために、蛍石にも大口径の単結晶が光学部品用の硝材として要求されるようになってきている。

【0003】 従来、蛍石等の単結晶光学材は、るつぼ降下法(ブリッジマン法)で製造されている。その典型的な製造装置としては、例えば米国特許2,214,976号明細書に開示されている。

【0004】 図1は、上下に2つの加熱器(ヒーター)が設けられておりそれぞれ独立に制御される結晶成長炉を示している。そして、熱電対41はヒーター1aの上部に設けられその部分の温度が一定であるか否かをモニターするものである。

【0005】 図1の装置は、チャンバ14とチャンバ内壁に取り付けられた断熱材15、さらにその内側に配置されたグラファイト製のヒーター1a、1bを備えている。チャンバ14を突き抜ける形でるつぼ支持棒7が設置され、るつぼ3を支えている。最初、蛍石の原料4であるCaF<sub>2</sub>はるつぼ3に入れられ、ヒーター1aで囲まれた場所に設置される。るつぼ3はヒーター1aと2aから加えられる熱により原料4の融点(例えば蛍石では約1360℃)を越える温度まで加熱され熔融される。本発明は、図2に示すような温度分布が得られるように結晶成長炉のヒーターを制御した。図2において縦軸はチャンバ内の位置、横軸はヒーターの温度を示す。図2から分かるように、図1の装置はヒーター1aの下方の端部(高さy1の部分)で急激に温度が減少するような構造を有しており、その近辺で結晶の凝固点にくるように更には適当な温度勾配をもつようにヒーター1aと2aの投入電力が調整されている。

【0006】 図1の装置を構成するチャンバ14内は真空ポンプ(不図示)により約 $1.33 \times 10^{-3}$  Pa〜約 $1.33 \times 10^{-4}$  Pa程度の真空中に保たれている。るつぼ3を約4mm/時の定速で降下させる(回転を伴う場合もある)ことによって、るつぼ3の中で結晶成長が行われる。るつぼ3は徐々にヒーター1aから抜けだし、るつぼ3の下方から冷却が行われる。結晶化は温度の低い底部から始められ、固相と液相の境界である結晶の成長点の固液界面が融液の最上部に達した時に終了する。

【0007】 上記構成の装置からなる結晶炉を用い直径の大きな単結晶を作製しようとする、結晶成長中のるつぼの中心と周辺では温度が異なるので、得られた結晶に屈折率の不均一性が生じやすい。

【0008】 図3は、等温線の平坦化を図るために考案されたディスク型と呼ばれるるつぼである。図3のるつぼ3は熱伝導の良いディスク5と呼ばれる複数の板で仕切られており、ディスク5は中央に数mmの小孔が開けられた構造を成している。ディスク5の熱伝導が良いので、図1に示したブロック型るつぼに比べてCaF<sub>2</sub>の温度は平坦化し、しいては固液界面が平らになる。このような構造からなるディスク型のるつぼを備えた装置でも、ブロック型と同様にるつぼが一定速度で徐々に引き下げられ結晶化が行われる。ディスク型のるつぼは、下方のるつぼのディスク5の中心の小孔で凝固した結晶が順次上のるつぼの種結晶となる点でブロック型のるつぼと異なるが、他の点ではブロック型のるつぼと同様である。るつぼが徐々に引き下げられ、全てのディスク5間のCaF<sub>2</sub>の結晶化が行われ固液界面が融液の最上部に達した時に終了する。

【0009】 しかしながら、従来の方法では、ヒーターの発熱量を一定とし、るつぼを一定の速度で引き上げていた為に、寄生結晶が発生し易く又、屈折率が不均一な結晶になり易かった。

【0010】又、従来の方法では、温度の検出点が1点であるために結晶成長方向と交差する面における温度分布の制御性が悪かった。

【0011】更に、温度検出のために白金及び白金合金からなる素線を有する熱電対を用ると、熱電対が劣化して精度の高い温度検出が困難であった。

【0012】或いは、熱電対の素線に接続されたリード線が劣化して精度の高い温度検出ができなくなることもあった。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、寄生結晶が発生し難く、均一な屈折率分布を呈し得る結晶物品の製造装置及び製造方法を提供することにある。

【0014】本発明の別の目的は、結晶成長させる原料の温度制御性に優れた結晶物品の製造装置及び製造方法を提供することにある。

【0015】本発明の更に別の目的は、温度検出器の耐久性が向上し、高精度で温度検出が行える熱電対又は温度測定装置を、或いは結晶物品の製造装置及び製造方法を提供することにある。

【0016】

【課題が解決するための手段】本発明の結晶物品の製造装置は、原料を収容する坩堝と前記坩堝に収容された前記原料を融解する為の加熱器と前記坩堝を前記加熱器に対して相対的に移動させる移動手段とを有する結晶成長炉を備え、前記坩堝内で融解された前記原料を冷却し結晶成長させる結晶物品の製造装置において、前記原料の温度を検出する検出器と、前記検出器により検出された温度変化に基づいて、前記結晶成長炉を制御することを特徴とする。

【0017】本発明の結晶物品の製造装置は、原料を収容する坩堝と前記坩堝に収容された前記原料を融解する為の加熱器と前記坩堝を前記加熱器に対して相対的に移動させる移動手段とを有する結晶成長炉を備え、前記坩堝内で融解された前記原料を冷却し結晶成長させる結晶物品の製造装置において、前記原料の温度を検出する為の検出器を結晶成長方向と交差する面内に複数設け、前記複数の検出器により検出された温度に基づいて、前記原料の等温面が、液相側に凸になるように、前記結晶成長炉を制御することを特徴とする。

【0018】本発明の結晶物品の製造装置は、原料を収容する坩堝と前記坩堝に収容された前記原料を融解する為の加熱器と前記坩堝を前記加熱器に対して相対的に移動させる移動手段とを有する結晶成長炉を備え、前記坩堝内で融解された前記原料を冷却し成長させる結晶物品の製造装置において、前記結晶成長炉の熱流速を測定する為の測定器を設け、前記測定器により測定された熱流速変化に基づいて、前記結晶成長炉を制御することを特徴とする。

【0019】本発明の結晶物品の製造装置は、原料を収

容する坩堝と前記坩堝に収容された前記原料を融解する為の加熱器と前記坩堝を前記加熱器に対して相対的に移動させる移動手段とを有する結晶成長炉を備え、前記坩堝内で融解された前記原料を冷却し結晶成長させる結晶物品の製造装置において、前記原料の潜熱の検出する検出手段を設け、前記検出手段からの潜熱の発生情報に基づいて、前記結晶成長炉を制御することを特徴とする。

【0020】本発明は、非化物結晶を成長させる成長炉に設けられる熱電対において、互いに異なる材料からなる一対の素線と、少なくとも該素線の周囲に設けられた管と、を有し、該管がタンタルを主成分とする金属又は酸化アルミニウムを主成分とするセラミックからなることを特徴とする。

【0021】本発明の結晶物品の製造装置は、非化物原料を収容する坩堝と前記坩堝に収容された前記原料を融解する為の加熱器と前記坩堝を前記加熱器に対して相対的に移動させる移動手段とを有する結晶成長炉を備え、前記坩堝内で融解された前記原料を冷却し結晶成長させる結晶物品の製造装置において、互いに異なる材料からなる一対の素線と、少なくとも該素線の周囲に設けられた管と、を有し、該管がタンタルを主成分とする金属又は酸化アルミニウムを主成分とするセラミックからなる熱電対を有し、前記熱電対による温度情報に基づいて、前記結晶成長炉を制御することを特徴とする。

【0022】本発明の温度測定装置は、移動物体の温度を熱電対を用いて測定する温度測定装置であって、前記熱電対の素線とリード線とを接続する接続部及び該リード線の設置点における温度が500℃以下となるように該接続部及び該リード線を設けることを特徴とする。

【0023】本発明は、内部を真空としたチャンバ中に配置された移動物体の温度を熱電対を用いて測定する温度測定装置であって、該熱電対を該チャンバから取り出すためのフランジを該移動物体と共に移動させる手段を備えたことを特徴とする。

【0024】本発明のフィードスルーは、内部を真空としたチャンバ内から熱電対を取り出すために用いる熱電対のフィードスルーにおいて、絶縁物質からなる円筒の軸方向に貫通穴を設け、前記熱電対の素線又は補償導電を該貫通穴に通し該貫通穴の周囲を絶縁性の接着剤で固め、該円筒と該円筒を設置する前記チャンバのプレートとの間にOリングを設けることを特徴とする。

【0025】

【発明の実施の形態】（過冷却）るつぼが静止しており、新たな結晶成長が行われない場合には、結晶成長方向（図1における垂直方向）の温度勾配は図4の（a）のようになっている。図4の（a）において横軸は原料の高さ、縦軸は温度であり、MPは融点を、SLは固液界面を示す。

【0026】るつぼが下降し、結晶成長が行われる場合、融解温度線の移動速度が固相の析出速度より速い場

合の温度分布は図4の(b)のようになり、液相内に融点MPより低い温度領域(厚さd:図中の斜線部)が存在する。この領域は過冷却状態で不安定な状態である。そのため通常の固液界面近傍の液相より多くの結晶核が析出しその結晶方位は任意となり、それまでに成長していた固相の結晶方位と異なる方位をもつ寄生結晶(stray crystal)が成長することになる。

【0027】上記寄生結晶の生成を防ぐには、融解温度線の移動速度を固相の析出速度と等しくすることと、過冷却状態にある領域の厚さdを小さくすることが重要である。そのためには、固液界面近傍の温度勾配を大きくすることと、るつぼの引き下げ速度を制御し融解温度線の移動速度を固相の析出速度と等しくする必要がある。

【0028】しかしながら、従来の方法では、るつぼ引き下げ速度と結晶成長速度が一致せず、図4の(b)に示すような過冷却状態が生じて分らなかった。

【0029】そこで、本発明の一実施形態においては、以下に述べるような潜熱に因る「温度変化」 $\Delta T$ を検出することにより、この情報を基に結晶成長炉を制御することを特徴とする。

【0030】(潜熱) 図5の(a)は、結晶成長処理を施されている原料の温度の経時変化を示している。

【0031】図1に示した装置のるつぼに温度検出器を取り付けて、るつぼを引き下げると図5の(b)の実線のように検出温度が変化する。

【0032】この曲線はいくつかの変極点をもち、この変極点が結晶成長に対応する時刻であった。具体的には、時刻 $t_0$ からるつぼの引き下げを開始すると、時刻 $t_1$ で結晶成長が始まり、そして時刻 $t_2$ で結晶成長が終了する。さらに、時刻 $t_1$ でるつぼの底の中心の1点から結晶成長が始まり、時刻 $t_2$ でるつぼの面内全体に結晶成長が広がり、時刻 $t_3$ でるつぼの中心付近の原料は結晶成長を終了し、時刻 $t_4$ でるつぼ内の原料の全ての結晶成長が終了すると考えられる。

【0033】結晶成長が生じない場合は、図5の(a)の破線のようになる。この破線のデータは以下の実験により裏付けられるものである。

【0034】例えば原料として $\text{CaF}_2$ を用いこれと同等の熱物性(熱容量Cと密度 $\rho$ との積)でかつ融点を1000~1500℃に持たない物質を模擬材料としてるつぼに入れて温度を測定する。こうすると、破線のデータが得られる。次の表1に示すカーボン、 $\text{MgO}$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ いずれも模式材料として使用可能である。さらに、これらの固体の混合物あるいはこれらの粉体の混合物で $\text{CaF}_2$ の熱物性に近い模擬材料となる。

【0035】

【表1】

	熱容量C [J/gK]	密度 $\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	C $\cdot\rho$ [J/cm <sup>3</sup> K]
$\text{CaF}_2$	1.28	3.0	3.8
カーボン	1.92	1.8	3.5
$\text{MgO}$	1.31	3.4	4.4
$\text{Al}_2\text{O}_3$	3.79	1.3	4.8

10 【0036】 $\Delta T$ は、図4の(a)の実線データと破線のデータの差、即ち同一時刻における温度差であり、この $\Delta T$ の経時変化を図5の(b)に示す。

【0037】 $T/\Delta t$ は、単位時間当たりの温度差の変化であり、この $\Delta T/\Delta t$ の経時変化を図5の(c)に示す。

【0038】結晶成長が起きると原料が液相から固相に相転移するため、潜熱が生じる。この潜熱は、原料、るつぼ更には加熱器の温度上昇をもたらす。これが温度差 $\Delta T$ を生ぜしめる原因である。潜熱が発生しない場合(即ち破線データの場合)に比べて、検出される温度が $\Delta T$ だけ変化することから、以降 $\Delta T$ を便宜上「温度変化」と称する。

【0039】(結晶成長炉の制御) 前述の過冷却領域を小さくするという目的のためには、結晶成長速度を一定に保つこと、及び又は、固液界面付近の温度を制御することが好ましい。まず、潜熱をパラメータとする結晶成長速度と固液界面の位置の求め方を述べ、次に制御方法を示す。

【0040】(1) 結晶成長速度と固液界面の位置の求め方1

(1.1) 結晶成長速度の求め方

潜熱による温度変化の求め方は後述するとして、まず、潜熱による温度変化から結晶成長速度を求める方法を述べる。

【0041】結晶成長が起きると液相から固相へ相変化を起こすので潜熱が発生する。この潜熱を測定すれば結晶成長速度が測定できる。潜熱が発生するとるつぼやヒーターの温度がわずかに上昇し、その上昇温度は結晶成長速度に比例することが分かった。即ち、

$$\Delta T = C_1 \cdot Q \cdot dV/dT \quad (1)$$

と表記できる。ここで、Qは単位体積あたりの $\text{CaF}_2$ が凝固するときに発生する熱量、即ち単位体積あたりの融解熱であり、Vは結晶の体積である。 $dV/dT$ は、単位時間あたりに増加した結晶の体積である。また、 $C_1$ は比例定数で、結晶炉とるつぼの構造によるもので、るつぼで発生した潜熱が外部(大気や冷却水)に放熱される値によって決定されるものであって、同一の結晶炉とるつぼを使用する限り一定と考えてよい。この比例定数は、計算でも求められるが、実験で求める方法を次に説明する。



【0042】 るつぼ全体の原料を固化させると潜熱による温度変化 $\Delta T$ は、図6ようになる。図6において横軸は時刻、縦軸は温度上昇値である。時刻 $t_1$ から固化が開始し、時刻 $t_4$ で全原料の固化が終了したと考えられる。温度変化 $\Delta T$ は時刻によって若干の変動がある。これは、潜熱が時刻によって変動していることを示している。しかし、最終的に発生する潜熱の量は作製された結晶の全体積に依存するので、図6に示した斜線部の面積は固化した結晶の全体積に等しい。そこで、式1の両辺を時刻 $t_1$ から $t_4$ まで積分すると次式が得られる。

【0043】

$$\int \Delta T dt = C_1 \cdot Q \cdot V_0 \quad (2)$$

ここで、 $V_0$ は固化した結晶の全体積である。従って式(1)の未定定数 $C_1$ が決定される。

【0044】  $C_0 = \int \Delta T dt / dV$  とする $\Delta T$ は式(3)のようになる。

$$\Delta T = C_0 \cdot dV / dt \quad (3)$$

底が平面のるつぼの場合、るつぼの底面積を $S$ 、成長した結晶の厚さを $h$ とすると、

$$V = S \cdot H \quad (4)$$

であるので、両辺を時間で微分して、式(1)に代入すれば

$$\Delta T = C_0 \cdot S \cdot dh / dt \quad (5)$$

と書ける。結晶成長速度を結晶が厚くなる速度( $dh/dt$ )とすると、次式が得られる。

【0045】

$$dh / dt = \Delta T / (C_0 \cdot S) \quad (6)$$

従って、 $\Delta T$ が求められれば、結晶成長速度が分かることになる。

【0046】 次に、式6から結晶炉に対する固液界面の位置を求める。原料は最も温度が低い位置から固化し始めるので、るつぼを引き下げる場合るつぼの底から結晶成長が開始する。結晶の固化が開始した時刻 $t_1$ 、結晶炉に対する(例えばチャンバの底から測定した高さ)るつぼの底の位置を $y_0$ とすれば、時刻 $t$ における固液界面の位置 $y(t)$ は、次の式(7)で表される。但し、積分範囲を $t_1$ (結晶成長開始時刻)から時刻 $t$ とする。

【0047】

$$y(t) = \int (dh/dt) dt + y_0 \\ = \int \Delta T / (C_0 \cdot S) dt + y_0 \quad (7)$$

結晶成長が開始する時刻 $t_1$ の求め方は、次に温度変化 $\Delta T$ の求め方と合わせて説明する。

【0048】 図7に示すように、るつぼの中心から結晶成長が進行しやすいように、るつぼの底が円錐形状になっているものがある。この場合、結晶成長が高さ $h_1$ に達するまでの時間が無視できない時間がかかる場合、結晶成長速度として式(7)を使用できない。このような円錐形のるつぼでは、るつぼの底付近の円錐形の半張角を $\theta$ 、円錐形の高さを $h_1$ とすると、

$$V = (1/3) \cdot \pi \cdot h^3 \cdot \tan^2 \theta \quad (8)$$

となるので、これを式(3)に代入すれば、 $h < h_1$ では、

$$\Delta T = C_0 \cdot h^2 \cdot \tan^2 \theta \cdot dh / dt \quad (9)$$

が得られる。従って、 $h < h_1$ の範囲で結晶成長速度は式(10)で表記できる。

【0049】

$$dh / dt = \Delta T / (C_0 \cdot h^2 \cdot \tan^2 \theta) \quad (10)$$

また、結晶の高さ $h$ が、 $h_1$ より大きくなったら、結晶成長速度は式(7)で与えられる。ここで、 $S$ は高さが $h$ より上のるつぼの断面積である。

【0050】 (1.2) 潜熱による温度変化の求め方  
潜熱による温度変化 $\Delta T$ の求め方を説明する。温度変化 $\Delta T$ を測定する方法は、大きく分けて2つの方法がある。以下では、まずるつぼの温度から潜熱による温度変化 $\Delta T$ を導く方法を説明した後、次にヒーター等の温度から潜熱による温度変化 $\Delta T$ を導く方法について述べる。

【0051】 (1.2.1) るつぼの温度から潜熱による温度変化 $\Delta T$ を導く方法

前述したように、移動するるつぼの温度を測定し、その経時変化を観察すると温度変化 $\Delta T$ が求められる。

【0052】 (1.2.2) ヒーターの温度から潜熱による温度変化 $\Delta T$ を導く方法

ヒーターは一方的にるつぼに熱を供給するのではなく、輻射によってるつぼとヒーターは熱交換を行っており、るつぼの温度上昇はそのままヒーターの温度上昇につながる。一方、ヒーターは固定されているので、るつぼのように移動に伴い除々に低下するような温度変化はヒーターの温度に観察されない。るつぼの温度が上昇するとその分ヒーターの温度が上昇する。従って、オフセット量を除けば、直ちに、図5Bとほぼ同じような潜熱による温度変化 $\Delta T$ が得られる。その際、ヒーターのるつぼの底近辺と同じ位置にある部分はるつぼの移動に伴って、温度が変化する。従って、るつぼの底より高い位置のヒーターの温度を測定するのが望ましい。

【0053】 上記いずれかの方法によって得られた潜熱による温度変化 $\Delta T$ を時間で積分して式(1)の比例定数 $C_0$ を求める。潜熱による温度変化 $\Delta T$ は測定条件によって変化するので、比例定数 $C_0$ は、るつぼの温度を測定する場合とヒーターの温度を測定する場合など測定条件が変わる毎に求めるのがよい。

【0054】 さらに、式(7)に従って結晶成長中の固液界面の位置も求められる。

【0055】 (2) 制御方法

次に、前述のようにして得られた結晶成長速度と固液界面の位置から寄生結晶の発生を防止する結晶炉の制御方法を述べる。

【0056】 (2.1) 結晶成長開始における制御

るつぼの底の温度が結晶の融点に達したにもかかわら

ず、或いは、るつぼの底が結晶の融点となるべき温度に対応した位置まで下がったにもかかわらず結晶成長（原料の固化）が開始しない場合、そのままるつぼを引き下げ続けると過冷却領域が増加することになる。この時には温度の不連続な変化は現れない。そこで、るつぼの引き下げ速度を一定にするのではなく、引き下げ速度を変更する。具体的には、引き下げ速度を遅くする又はるつぼの引き下げを停止して結晶成長が開始するのを待つ。或いは、るつぼの中心温度を下げ結晶の開始を促してもよい。または結晶成長が開始し易いように、るつぼに穏やかな振動や回転等の衝撃を与えてもよい。

【0057】（2.2）結晶成長速度を一定に保持する制御

ヒーターの温度が一定でかつるつぼの引き下げ速度  $V_c$  が一定にもかかわらず、式（6）で与えられる結晶成長速度  $(dh/dt)$  が小さくなれば、過冷却領域が増加している即ち結晶成長速度に対してるつぼの引き下げ速度が速すぎることを示している。そこで、るつぼの引き下げ速度  $v_c$  を一旦遅くする。このように、結晶成長速度  $(dh/dt)$  に一致するようにるつぼの引き下げ速度を制御することで、過冷却領域を小さくし、不本意に発生した結晶核より成長した寄生結晶の発生を防止しようとするものである。

【0058】結晶成長速度を一定に保つためなら、結晶の成長速度の変化が0になるように、るつぼの引き下げ速度を制御してもよい。結晶成長速度の変化は、図5の

（a）を時間に対して微分または差分をとることで得られる。図5の（a）の差分をとると図5の（b）のようになる。横軸は時刻を縦軸は温度上昇差分  $(\Delta T/\Delta t)$  を示している。時刻  $t_0$  から  $t_1$  の間は、単純にるつぼの下降によって一定値づつ温度が下がり、時刻  $t_1$  から  $t_2$  は結晶成長開始期間で潜熱により温度変化が大きくなっている期間、時刻  $t_2$  から  $t_3$  の間は一定速度で結晶成長が進行している期間、時刻  $t_3$  から  $t_4$  は結晶成長が終わる期間である。

【0059】（2.3）固液界面近くのヒーターの温度制御

式（7）によって得られた固液界面の高さ  $y(t)$  が移動し、本来の温度からずれてしまった場合には、固液界面の高さ  $y(t)$  付近のるつぼの温度が融点になるように、ヒーターの温度即ち、結晶成長炉の温度分布を変更するように制御する。

【0060】本発明の別の実施の形態は、潜熱による熱流速の変化を検出し、その情報を基に結晶成長炉を制御することを特徴とする。

$$\int (Vq(t) - Vq_0) dt = C2 \cdot Q \cdot V_0 \quad (12)$$

ここで、 $V_0$  は固化した結晶の全体積である。従って式1の未定定数  $C2$  が決定される。又  $\Delta Vq$  は  $C3 = \int Vq(t) - Vq_0) dt / V_0$  とすると下記（13）式

$$\Delta Vq = C3 \cdot dV/dt \quad (13)$$

【0061】（3）結晶成長速度と固体界面の位置の求め方2

（3.1）結晶成長速度の求め方

結晶成長が起こると液相から固相へ相変化を起こすので潜熱が発生する。この潜熱は液相から固相へ相変化した量に比例するので、潜熱を測定できれば結晶成長速度が測定できる。潜熱が発生すると発生した熱量だけ余分に外部へ逃がさなくてはならない。従って、結晶炉の外へ逃げる熱量が増加する。この単位時間当たりの外部へ逃げる熱量である熱流速を一定に保つことができれば、結晶成長速度を一定に保つことができる。外部へ逃げる熱流速を  $Vq$  は次の式で表せる。

$$【0062】 \Delta Vq = C2 \cdot Q \cdot dV/dt \dots (11)$$

熱流速の変化量  $\Delta Vq$  は、結晶炉の各部で異なるものである。例えば、るつぼを支える支持棒では大きく、るつぼの周囲では小さい。そこで、ここで示した熱流速  $Vq$  は、結晶炉の特定な点の熱流速とする。ここで、 $Q$  は単位体積当たりの原料が凝固するときに発生する熱量、即ち単位体積当たりの融解熱で、 $V$  は結晶の体積である。 $dV/dt$  は、単位時間当たりに増加した結晶の体積である。また、 $C2$  は比例定数で、結晶炉とるつぼの構造によるもので、るつぼで発生した潜熱が外部（大気や冷却水）に放熱される値によって決定させるものであって、同一の結晶炉とるつぼを使用する限り一定と考えてよい。また、この比例定数を計算でも求められるが、実験で求める方法を説明する。

【0063】るつぼの原料を固化させると熱流速  $Vq$  は、図8のようになる。図8は、横軸に時刻を縦軸に熱流速をとった。時刻  $t_1$  で固化が開始し、時刻  $t_4$  で全原料の固化が終了した考えられる。時刻  $t_1$  以前は、原料の固化が始まらず、内部のヒーターによって与えられた熱を結晶炉の外部に逃すことによって生じる熱流速  $Vq_0$  である。結晶成長が始まると、潜熱の分だけ多くの熱量が発生するため、外部へ放出される熱流速が増加し、熱流速は  $Vq_1$  にほぼ近い値をとる。この熱流速が変化した量  $\Delta Vq (= Vq(t) - Vq_0)$  が潜熱の影響によるものである。

【0064】しかし、熱流速は時刻によって若干の変動がある。これは、潜熱が時刻によって変動していることを示している。しかし、最終的に発生する潜熱の量は作製された結晶の全体積に依存するので、図8の斜線の面積は固化した結晶の全体積に等しい。そこで、式1の両辺を時刻  $t_1$  から  $t_4$  まで積分すると次式がえられる。

【0065】

のようになる。

【0066】

15  
底が平面のるつぽの場合、るつぽの底面積をS、成長し  
 $V = S \cdot h$

であるので、両面を時間で微分して、式1に代入すれば  
 $\Delta V q = C3 \cdot S \cdot dh/dt$   
と書ける。結晶成長速度を結晶が厚くなる速度 ( $dh/dt$ ) とすると、次式が得られる。

$$dh/dt = \Delta V q / (C3 \cdot S)$$

したがって、 $\Delta V q$ が求められれば、結晶成長速度が分かることになる。

【0068】次に、式16から結晶炉に対する固液界面の位置を求める。原料はもっとも温度が低い位置から固  
10 化始めるので、るつぽを引き下げの場合るつぽの底から結晶成長が開始する。結晶の固化が開始したときの時刻

$$y(t) = \int (dh/dt) dt \\ = \int \Delta V q / (C3 \cdot S) dt$$

結晶成長が開始する時刻  $t1$  の求め方は、次に温度変化  $\Delta T$  の求め方と合わせて説明する。

【0070】図7に示した様に、るつぽの中心から結晶成長が進行しやすいように、るつぽの底が円錐形状になっているものがある。この場合、結晶成長が高さ  $h1$  に

$$\Delta V q = C3 \cdot h^2 \cdot \tan^2 \theta \cdot (dh/dt)$$

8)

が得られる。従って、 $h < h1$  の範囲で結晶成長速度は  
 $(dh/dt) = \Delta V q / (C3 \cdot h^2 \cdot \tan^2 \theta)$

)

また、結晶の高さ  $h$  が、 $h1$  より大きくなったら、結晶成長速度は7式で与えられる。ここで、Sは高さ  $h$  より上のるつぽの断面積である。

【0071】(3.2) 潜熱による熱流速の変化の求め方

$$Vq = \lambda_{12} \cdot (T2 - T1) / L$$

となる。

【0072】2点間が真空の場合、熱は輻射で伝わり、

$$Vq = C\varepsilon \cdot (T1^4 - T2^4)$$

ここで、 $C\varepsilon$ は、2点間の形態係数や輻射率によって決定される比例係数である。

$$Vq = 4 \cdot C\varepsilon \cdot T2^3 \cdot \Delta T$$

と変形される。

【0074】式20~22から、いずれの場合においても、空間的に離れた2点の温度を測定すれば、比例定数を除いて、熱流速  $Vq$  は決定される。さらに、結晶成長が始まる前の熱流速  $Vq0$  を測定することで、熱流速の変化  $\Delta Vq (= Vq - Vq0)$  を求めることができる。比例係数は、結晶成長速度を求めるときに、式13の中に比例係数  $C3$  の中に組み入れてしまうことになるので、特に問題なら無い。

【0075】この様にして得られた潜熱による熱流速の変化  $\Delta Vq$  を時間で積分して式1の比例定数  $C2$  を求める。熱流速の変化  $\Delta Vq$  は、測定した2点間の熱流速に基づくので、測定した2点間固有の値であり、測定場所

16  
た結晶の厚さを  $h$  とすると、  
(14)

$$(15)$$

【0067】

$$(16)$$

を  $t1$ 、結晶炉に対する (例えばチャンバの底から測定した高さ) るつぽの底の位置を  $y0$  とすれば、時刻  $t$  における固液界面の位置  $y(t)$  は、8式で表わせる。但し、積分範囲を  $t1$  (結晶成長開始時刻) から時刻  $t$  とする。

【0069】

$$(17)$$

達するまでの時間が無視できない時間がかかる場合、結晶成長速度として式16を使用できない。この様な円錐形のるつぽでは、るつぽの底付近の円錐形の半張角を  $\theta$ 、円錐形の高さを  $h1$  とすると、前述した式8となるので、これを式13に代入すれば、 $h < h1$  では、

(1

下記式19となる。

$$(19)$$

熱流速の変化  $\Delta Vq$  の求め方を説明する。点1 (温度  $T1$ ) から点2 (温度  $T2$ ) へ流れる熱の熱流速  $Vq$  は、2点間が固体または気体の場合、熱伝導で熱は伝わり、その間の温度勾配とその間の熱伝導率  $\lambda_{12}$  とによって決定される。2点間の距離を  $L$  とすると、

$$(20)$$

2点の温度  $T1$  と  $T2$  とすると

$$(21)$$

【0073】2点間の温度差  $\Delta T (= T1 - T2)$  が小さい場合、式21は、

$$(22)$$

によって変化する。そのため、比例定数  $C2$  は、測定場所や測定方法毎に決定する。さらに、式17に従って結晶成長中の固液界面の位置が求められる。

【0076】(4) 制御方法2

次に、前述のようにして得られた結晶成長速度と固液界面の位置からstray crystalの発生を防止する結晶炉の制御方法を述べる。

【0077】(4.1) 結晶成長開始における制御

るつぽの底の温度が結晶の融点に達したにも関わらず、或いはるつぽの底が結晶の融点となるべき温度に対応した位置まで下がったにもかかわらず、結晶成長 (原料の固化) が開始しない場合、そのまゝるつぽを引き下げ続  
50 けると過冷却領域が増加することになる。この時には、

熱流速の不連続な変化は生じない。そこで、るつぼの引き下げを速度変更する。具体的には引き下げ速度を遅くする又はるつぼの引き下げを停止して結晶成長が開始するのを待つ。この場合、るつぼの中心温度を下げ結晶の開始を促してもよい。または結晶成長が開始し易いように、るつぼに緩やかな振動や回転等の衝撃を与えてもよい。

【0078】(4.2) 結晶成長速度を一定に保持  
ヒーターの温度が一定でかつるつぼの引き下げ速度 $v_c$ が一定にもかかわらず、式16で与えられる結晶成長速度 $dh/dt$ が小さくなれば、過冷却領域が増加している即ち結晶成長速度に対してるつぼの引き下げ速度が速すぎることを示している。その場合、るつぼの引き下げ速度 $v_c$ を遅くする。このように、結晶成長速度 $dh/dt$ に一致するようにるつぼの引き下げ速度を制御することで、過冷却領域を小さくし寄生結晶の発生を防止しようとするものである。

【0079】結晶成長速度を一定に保つためなら、結晶の成長速度の変化が0になるように、るつぼの引き下げ速度を制御してもよい。

【0080】(4.3) 固液界面近くのヒーターの温度制御  
式17によって得られた固液界面の高さ $y(t)$ が移動し、本来の温度からずれてしまった場合には、固液界面の高さ $y(t)$ 付近のるつぼの温度が融点になるように、ヒーターの温度即ち、結晶成長炉の温度分布を制御する。

【0081】本発明の更に別の実施形態は、原料の温度を検出する為の温度検出器を結晶成長方向と交差する面内に複数設け、この複数の温度検出器により検出された温度、即ち温度分布情報に基づいて、原料の等温面が液相側に凸になるように、結晶成長炉を制御することを特徴とする。

【0082】結晶成長炉を用い直径の大きな単結晶を作製しようとする、結晶成長中のるつぼの中心と周辺では温度が異なるので、得られた結晶に屈折率の不均一性が生じやすい。そのため、良好な単結晶を得るためには、るつぼ内の温度分布を制御することが望ましい。これは次のように説明される。

【0083】るつぼの中心の一点から結晶成長が開始されるるつぼの底全体に結晶が成長するまでは、るつぼの角のような他の箇所から結晶が成長しないように凸の等温線にすることが望ましい。上に凸の温度分布がわずかに崩れても、中心を種結晶としない結晶成長が始まり多結晶ができることになり避けなければならない。

【0084】るつぼの底をわずかに円錐形にしたものは、上に凸の温度分布がわずかに崩れても、多結晶になりにくい。しかし、円錐形の半頂角を大きくすると、るつぼの構造が大きくなる問題や、引き下げ中にある位置を通るるつぼの断面積が変化することによる潜熱による

発熱量の変化、冷却棒からの放熱量の変化が、内部の温度分布に影響を与えるという問題があり、円錐形のるつぼでも適切な凸の温度分布をつくる方が好ましい。

【0085】また、るつぼの底全体に結晶が成長した後も、僅かに上に凸の等温温度線がられるような温度分布となることが望ましい。何故ならば、僅かに上に凸の等温温度線では、図9の(a)に示すように液相と固相の界面である固液界面が上に凸になる。そのため、壁面で生じた寄生結晶が、界面の法線方向に成長しようとしてるつぼの側壁で阻止される。これに対して、等温温度線が下に凸の温度分布では、図9の(b)のようにはるつぼ壁や固液界面に生じた寄生結晶がるつぼの中心に向かって成長し、ので消滅しないため、良好な単結晶の成長は望めない。上に凸の温度曲線を作るため、従来は、例えば米国特許2,214,976号明細書に開示されるように、支持棒に冷却水を流し中心の温度を下げると同時に中心の温度を支持棒に熱電対を配置し測定するなどの構造が加えられていた。

【0086】しかし、るつぼの横断面内に温度分布がある状態で結晶成長が行われると、得られた結晶に内部応力が必ず生じてしまう。さらに、等温温度線が上に凸になる程度が大きすぎると、早く凝固した部分は収縮に伴って滑りを誘起し結晶の内部で転移が導入されるので、均一な結晶ができなかった。目的とする結晶の口径があまり小さくなく、従来のように結晶の成長方向と垂直である面の口径が数10mm程度の場合には、結晶の直径方向に温度分布があってもそれほど大きく無かったので、結晶成長後に残っている熱応力も小さかった。ところが、口径が数100mmである結晶を作製しようとする、るつぼの中心と周辺では結晶成長中の温度が異なるので、得られた結晶に屈折率の不均一性が生じるという問題が顕在化してきた。また、温度分布によっては結晶に亀裂が生じる場合もあった。

【0087】上述したとおり、るつぼ内で上に凸の温度分布を達成すれば屈折率の均一な大口径の単結晶を作製できるが、そのためには以下に示す技術的課題を解決する必要があった。

【0088】(5) 温度分布の測定と温度制御

大口径のるつぼでは、厳密な温度分布が管理されていないと、適切な程度の上に凸の温度分布を達成することができない。

【0089】本実施の形態に係る結晶作製装置は、結晶の成長方向に対して垂直な方向の温度を複数箇所測定する測定手段として例えばるつぼの底の面内方向に複数の熱電対を配置し、前記測定手段による温度の測定結果を基に、るつぼの中心にいくにつれて温度が低くなるように、前記結晶炉を制御する手段として、面内での温度分布が上に凸の温度分布でかつ所望の値となるように、例えば冷却水とヒーターを用い、これらの入力を制御するものである。

【0090】結晶成長開始時点からるつぼ底全体に結晶成長が始まるまでは、上に凸の温度分布を保ち、るつぼ底全体で結晶成長が始まった後は、上に凸の温度分布の程度を緩く、平坦な温度分布に近づけるように制御することで、常にるつぼの中心の一点から結晶成長が開始されるとともに、るつぼの中心と周辺の温度差を小さく保つことが可能となるので、内部応力の小さな均一な結晶が得られる。さらに、測定データから得られた結晶成長状態をもとにして、過冷却が生じないように結晶成長速度とるつぼの引き下げ速度が一致するように引き下げ速度を決定し制御する方法である。

【0091】このような制御をするためには、結晶成長開始とるつぼ底全体で結晶成長が開始された時刻を知る必要がある。そこで、図5の(a)に示したような潜熱による温度変化 $\Delta T$ からその時刻を検知する。

【0092】図3に示したようなディスク型と呼ばれるるつぼでは、各るつぼで結晶成長が停止し、さらにるつぼが降下すると再び結晶成長が開始されるので、前述の温度変化が複数回繰り返されることになる。これを図で示すと図10となる。時刻 $t_{11} \sim t_{14}$ が一段目のるつぼの結晶成長に対応し、時刻 $t_{21} \sim t_{24}$ が二段目のるつぼの結晶成長に対応する。

#### 【0093】(6) 熱電対

本発明の更に別の実施形態による熱電対は、一对の素線のうち少なくとも一方周囲にタンタル(Ta)又は/及び酸化アルミニウムを主成分とする管を設けることを特徴とする。

【0094】温度の測定方法としては、放射温度計又は熱電対を用いる方法がある。放射温度計を用いる場合は、チャンバ壁に覗き窓等により内部のスペクトルを取り出す必要があるが、窓等の汚れが測定誤差になる他、るつぼの複数の温度を測定するのが困難なため、熱電対を用いる方が好ましい。

【0095】しかしながら、炉内、特にるつぼに熱電対を配置しようとしても、結晶炉の内部は1500℃以上あり、かつカーボンや亜鉛等からなる導電性の粉塵やHF等の腐食性ガス雰囲気であり、次の問題があった。

【0096】熱電対のシース管がHFガスに腐食されたり、カーボンとの反応で測定に耐えられる熱電対がなかった。更に雰囲気ガスに耐えられる保護管を熱電対の周囲に設けても、熱電対を曲げて設置して使用する場合、複数の保護管を連結して連結部で屈曲させる必要がある。ところが、この連結部では熱電対素線が露出してし

まうために、露出した素線が、雰囲気ガスに曝され損傷を受けたり、または、カーボンの粉塵が付着して2本の素線が短絡したりすることがあった。何れにしても、正確な温度を測定するのは困難な状況にあった。

【0097】ここで、一般的な熱電対の構成について説明する。熱電対は、図11に示すように材質の異なる2本の素線51、52の端53を溶接し、他端54を電圧計に接続して使用する。測定される電圧は素線51、52の両端53、54の温度 $T_1$ と $T_2$ で決定される。

【0098】しかし、測定雰囲気のガスによる素線の腐食や素線間の短絡を避けるために、図12に示すようなシース熱電対が用いられることがある。これは、内部にベリリアや酸化ハフニウム等の絶縁材料を内部に充填したシース管55の内部に2本の素線51と52を通し、シース管55の端部に接続部32が設けられ接続部32の内部で、素線51と52とリード線33が接続されている。リード線33は熱電対素線または補償導線を用い、テフロンやガラス繊維等の被覆材56で被覆されている。補償導線は、熱電対の素線とほぼ同様な熱起電力をもつ金属であるが、素線より耐熱性は小さいが取り扱いのしやすさや価格などの点で熱電対に勝る。接続部32とリード線33の最高使用温度は、リード線の被覆材料56と接続部32の材料によって決定されるが、最大でも500℃程度である。さらに、補償導線では熱電対と同じ起電力を示す温度範囲で使用する必要がある。そして、リード線が測定器に取り付けられシース管の先端53の測温部の温度が測定される。

【0099】シース管55は、測定雰囲気に対して耐熱性や耐食性のあるセラミック管やモリブデン等の金属管が選ばれる。しかしながら、熱電対の耐熱性や耐食性といった環境耐性を要求すると、シース管が太くなったりして柔軟性が失われる。

【0100】そのため、本実施形態では、耐熱性と耐食性、柔軟性を同時に満たすために以下の実施結果に基づいて、シース管の材料にタンタル又はタンタルアロイを用いるようにした。

【0101】1500℃以上の融点をもつ高融点材料を実際の結晶炉の1500℃でHFガスに曝して、その耐久性を調べた。また、カーボン板に挟んでカーボンとの反応も検証した。その結果は1日当たりの厚さまたは質量の減少として、表2に示した。

【0102】

【表2】

材料	融点	結晶成長中雰囲気	カーボン板間
Ta	2996℃	0.0022mm/日	0.0008mm/日
Mo	2610℃	0.0017mm/日	カーボンと反応
Pt	1772℃	原形とどめず	原形とどめず
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (>99%)	2050℃	3%/日	3%/日
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (55%)		原形とどめず	

【0103】表2から、TaとAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (>99%) が、フッ化物結晶成長炉内で耐熱性とガスに対する耐食性、さらにカーボンと反応しない条件を満たすことが明らかとなった。従って、シース材料55がTaで構成されるシース熱電対とし、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (>99%) を保護管とする熱電対が、フッ化物結晶成長炉内のるつぼやヒーターの温度を測定するのに好適であることが分かった。保護管とは素線を一本毎に又は複数本をまとめて囲む管である。熱電対の素線51、52は、どの種類でもよく測定する温度によって決定すればよい。例えば1500℃を越える温度の測定では、白金-白金ロジウム熱電対(JISC1602(1981)規格の記号B又はRで特定される熱電対やタングステン・レニウム熱電対等が使用できる。

#### 【0104】(7) 温度測定装置

又、本発明の更に別の実施形態による温度測定装置においては、熱電対のシース部とリード部の接合部が500℃以下に保持することを特徴とする。ここで、リード線は、熱電対と同じ材質の素線または補償導線である。

【0105】さらに、接合部及びリード線を500℃以下に保持するために、熱電対先端と接合部の間に500℃以下に冷却された部材の設置が望ましい。もしくは、接合部及びリード線を収納する熱電対収納フランジを500℃以下の冷却部材に取り付けなくても構わない。或いは、接合部を最高温度が500℃以下となる位置に配設することも好ましい。

【0106】本発明の更に別の実施形態は、内部を真空としたチャンバ中に配置された移動物体の温度を熱電対を用いて測定する温度測定装置において、該熱電対を該チャンバから取り出すためのフランジを該移動物体と共に移動させる手段を備えることを特徴とする。

【0107】るつぼ等からなる移動する物体に熱電対を取り付ける場合、移動に伴う熱電対のたわみが生じ、シース材等が曲がりや伸縮に耐えられず、熱電対に座屈したり亀裂が入る可能性があった。

【0108】上記実施形態によれば、例えば柔軟性のないTaシース材及びAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>保護管を用いても、るつぼの移動に伴う熱電対のたわみをリード線で吸収することが可能となる。

#### 20 【0109】(8) フィードスルー

本発明の更に別の実施形態は、内部を真空としたチャンバ内から熱電対を取り出すために用いる熱電対のフィードスルーにおいて、絶縁物質からなる円筒の軸方向に貫通穴を設け、前記熱電対の素線又は補償導線を該貫通穴に通し該貫通穴の周囲を絶縁性の接着剤で固め、該円筒と該円筒を設置する前記チャンバのプレートとの間にOリングを設けて該チャンバ内の真空を封じたことを特徴とする。

30 【0110】るつぼの温度変化を測定するには、高い測定精度が要求される。特にるつぼやヒーター等炉材が設置されたチャンバ内が真空に保たれた状態で、温度測定に熱電対を使用する場合には、チャンバから熱電対を取り出すフィードスルーで、温度測定誤差が生じやすい。これは、チャンバ内は真空に保たれているために、室温に連動してチャンバ内の温度が変動しないからである。そのため、真空装置内(チャンバ内)と外気(チャンバ外)との間で温度差が生じ、ここで生じた熱起電圧が熱電対の測定に影響を与えることがあった。

40 【0111】熱電対の素線をチャンバの外へ取り出す場合、図13のように、熱電対の素線または補償導線のようなリード線24を予め真空漏れが無いように固定したAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>のようなセラミックやガラスの絶縁物45を金属フレーム48に固定したフランジを用いる方法がある。しかし、この方法では後から熱電対の種類を変えることはできなかった。さらに、カーボン粉塵が存在する雰囲気では、フランジ面にカーボン粉塵が付着し素線間が短絡し測定誤差が生じ易い。

50 【0112】一方、シース熱電対をシース部で取り外す場合、図14のように、金属管46を予め真空漏れが無いように固定したAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>のようなセラミックやガラス

の絶縁物 45 を金属フレーム 48 に固定したフランジを使用する方法がある。この場合、金属管 46 にリード線を通し、金属管 46 とリード線の間及び未使用の金属管 46 を半田 47 で封じる。しかし、半田 47 を用いるとチャンバ内外の温度差により測定誤差が生じる。半田の代わりに接着剤を用いてもよいが、一度熱電対を通したら熱電対が不要になった場合でも、取り外すことが困難である他、金属管と熱電対素線との間の絶縁が破れたら接触電位が生じ測定誤差となる可能性が常にある。

【0113】これに対して本実施の形態では、熱電対のフィードスルーを、図 15 に示すように、絶縁物質でかつ複数の孔が貫通した円筒形のフィードスルー 42 にリード線を通し、リード線と円筒形フィードスルー 42 の間を接着剤で真空封じ、リード線のチャンバ側に熱電対のリード線を接続する構成とした場合には、予め円筒形フィードスルーを多めに作製しておくことで、熱電対の種類にかかわらず、熱電対を任意の本数だけ通すことが可能となる。

【0114】また、チャンバ内がカーボン塵等で汚染されている状態では、円筒形フィードスルーを封じている Oリングにカーボン塵が付着し真空が破れやすくなったり、フランジ面でのリード線間の短絡が生じ易い。そのような場合には、前記円筒が取り付けられる前記チャンバのフランジ面を、重力に対して垂直方向もしくは該垂直方向から重力方向に傾けて配置すればよい。

【0115】本発明に係る結晶物品製造装置についてより詳しく説明する。

【0116】（実施形態 1）図 16 は、本発明に係る装置の第一の実施形態を示す模式的な断面図であり、結晶成長炉内の温度が高い第 1 の領域（高温領域）と温度が低い第 2 の領域（低温領域）に分けられ、それぞれ独立したヒーターによって温度が制御されている炉を有する場合を示す。図 16 の装置はるつぼ底部の温度を測定し、るつぼ引き下げ速度を制御することにより、結晶成長炉を制御するものである。ここではるつぼ底部の温度を原料の温度とみます。

【0117】図 16 において、1a と 1b はそれぞれ第 1 と第 2 のヒーター、2a と 2b は第 1 と第 2 のヒーター用電源、3 はるつぼ、4 はるつぼ内に入れられた原料、6 は制御装置、7 はるつぼ支持棒、8 はるつぼ下の断熱材、9 は冷媒用の配管、10 は冷媒用流路、11 は冷媒流入口、12 は流量調節バルブ、13 は支持棒を通してるつぼを引き下げる昇降機構、14 は真空チャンバ、15 は断熱材、16 は排気ポート、17 は排気口である。18 は熱電対のような温度検出器である。

【0118】14 はステンレス等の金属からなる真空チャンバ 14 は、排気ポート 16 を通して排気口 17 から真空中に引かれチャンバ内の圧力は  $1.33 \times 10^{-3} \text{ Pa}$  ~  $1.33 \times 10^{-4} \text{ Pa}$  に保たれる。断熱材 15 は真空チャンバ 14 の内壁に取り付けられ、ヒーター 1a、1

b で発生した熱を外部に逃さない構造となっている。ヒーター 1a と 1b はカーボン等からなり、それぞれの電源 2a、2b を通して通電することで発熱する。さらに、発生した熱はヒーター 1a、1b 内に置かれたるつぼ 3 に輻射によって供給される。るつぼ 3 は結晶の原料 4 と反応しないカーボン等の物質からなる。るつぼ 3 内には、フッ化カルシウムのような結晶の原料が入れている。さらにその下にはるつぼ 3 を支える支持棒 7 が取り付けられている。支持棒 7 は昇降機構 13 に取り付けられ、昇降機構 13 は制御装置 6 の指示によって駆動制御され、るつぼ 3 が上下移動する。

【0119】発熱体であるヒーター 1a、1b とは別の温度制御機構としてるつぼ支持棒 7 の内部に冷却水等の冷媒を流す冷媒用流路 10 が設けられている。流入口 11 から流入した冷媒は、制御バルブ 12 を通して、流路 10 内に流入し支持棒 7 の内部を通過しながら支持棒の熱を奪い排出口から排出される。冷媒による冷却能力は、一般には冷媒の温度と流量によって決まるが、本例は流量を流量調節バルブ 12 を制御系 6 で制御することで冷却能力が決定されるものとする。従って、るつぼの中心の温度が高すぎる場合は、流量調節バルブ 12 を開くことによって冷却能力を増加させ、るつぼ 3 の中心の温度を下げる事が可能である。

【0120】また、るつぼ支持棒 7 には温度検出器としての熱電対 18 が通されており、その先端がるつぼ 3 の底に接触しており、るつぼ 3 の底の中心の温度が測定できるようになっている。そして、熱電対 18 によって測定された温度は、温度測定器 19 に接続され検出された温度情報は制御装置 6 に送られる。ここで、温度測定器 19 及び又は制御装置 6 が潜熱による温度変化  $\Delta T$  を検出し、制御装置 6 が前記温度変化  $\Delta T$  を示す情報に基づき、結晶成長炉を制御する。

【0121】次に、上記構成からなる装置の動作について説明する。

【0122】まず、ヒーター 1a、1b に電力が供給され、るつぼ 3 が温められ内部の  $\text{CaF}_2$  のような原料 4 が十分に融解するまでその状態が保持される。原料 4 の熱容量が大きいことと放熱量が小さいことから、原料が十分に融解し安定するまで、ヒーター 1a、1b のパワーを一定にしてから数時間から数日かかる。この間、るつぼ 3 の底部に取り付けられた熱電対 18 によってるつぼ 3 の底の温度が測定され、測定された温度データは温度測定器 19 を通して制御装置 6 に送られ、るつぼ 3 の温度が記録されている。原料が十分に融解し安定したかどうかは、るつぼ 3 の温度が経時変化から判断でき、一定の温度が長時間続けば安定したものを見なす。

【0123】もし、るつぼ 3 の中心の温度が最も低い状態でない場合、即ちるつぼ 3 の等温温度曲線が上に凸の状態でない場合は、制御装置 6 がヒーター 1a の電源 2a にヒーター 1a の電力を増加させるように指令を出す



と同時につば支持棒7の冷却能力を増加させるために、流量調整バルブ12に流量を増加させる指令を出す。

【0124】 りつば3の等温温度曲線が上に凸の温度分布を保ったまま原料を固化させるために、るつば3を引き下げようとして制御装置6から昇降機構13に指令が出される。その際、るつば3の引き下げ速度は0.1mm/時間から10mm/時間である。しかし、るつば3の中心の方が周囲に比べて冷却しにくいために、引き下げ速度が大きすぎると中心の温度減少が追いつかなくなり等温温度曲線が上に凸の状態を保てなくなるので、その場合はるつば引き下げ速度を小さくする。

【0125】 結晶成長が開始されると、原料4やるつば3の温度に図5の(a)の時刻t1で見られるような温度変化が現れる。この時点では、融点に達しても結晶成長が開始されず図4の(b)のように大きな、過冷却領域が生じている可能性が高いので、時刻t1にてるつば引き下げ速度を小さくする。こうすれば、過冷却領域を小さくできる。別の手段として、時刻t1において支持棒7の内部の冷却水の流量を増加させるなどの制御を行うことで、るつばの底の中心の温度を下げて結晶成長の開始を促してもよい。

【0126】 より好ましくは、結晶成長が行われ、潜熱等によってるつば3の等温温度曲線が上に凸の状態を保てなくなったら、前述のような操作が行われ、常に等温温度曲線が上に凸の状態を保つ。

【0127】 次に、図5の(a)の時刻t2の状態に入ったら、結晶の成長速度を一定に保つ。るつば3に取り付けた熱電対18から、測定器19を通して制御装置6に送られてきた情報をもとに、前述した結晶成長速度と固液界面の位置の求め方によって、結晶成長速度( $\Delta h / \Delta t$ )を求める。その結果、もし結晶成長速度がるつば引き下げ速度より低くなった場合は、るつば3の引き下げ速度が結晶成長速度と一致するように、るつば昇降機構13に制御系から指令を出し、るつば引き下げ速度を遅くする。逆に結晶成長速度がるつば引き下げ速度より高くなった場合にはるつば引き下げ速度を速くして、結晶成長時間を短くするように制御してもよい。

【0128】 このようにして、時刻t4まできたら結晶成長が完了する。途中、時刻t3で結晶成長速度( $\Delta h / \Delta t$ )が変化しているが、これは結晶の終点であるので精密な制御は不要であるが、t3ではるつば3の引き下げ速度が遅くならないように適宜制御するとよい。結晶成長速度が小さくなったときに、時刻t1からるつばが下がった距離が垂直方向のるつば3の長さと同しければ、結晶の終点と判断する。

【0129】 更には、るつば3内の等温温度曲線がわずかに上に凸の分布を高精度に保つために、必要に応じてるつば3の側面やるつば3の底部に熱電対を設置しても構わない。

【0130】 (実施形態2) 図17は、本発明に係る装置の第二の実施形態を示す模式的な断面図であり、るつば近傍の温度変化を測定することにより原料の温度変化を求め、るつば引き下げ速度を制御する点が第一の実施形態と異なる。ここではるつば近傍の温度を原料の温度とみなす。

【0131】 実施形態1の装置では、原料が結晶化するときには発生する潜熱による温度上昇のみを測定しようとしても、るつばの移動と共に温度が低下する為に、その成分を除くデータ処理が必要である。

【0132】 これに対して、本形態の装置では、るつば3の降下による影響を受けにくい位置に配した温度測定用の円筒20に熱電対18を設置する。また、原料が結晶化する位置に温度測定用の熱電対18を固定して設置し、その温度測定結果から直接潜熱による温度変化 $\Delta T$ を求めることができる。るつば3の温度が変化すると、るつばからの輻射量が増加し、るつば3近傍に置かれた例えばカーボンからなる温度測定用の円筒20の温度を上昇させる。これにより、直ちに図5の(b)のような検出結果が得られ、これをもとに、るつば3の引き下げ速度を制御する。

【0133】 また、本例では、温度測定用の円筒20をるつば3とヒーター1aとの間の空間に挿入したが、空間が小さい場合や熱電対18の熱容量が小さい場合には、円筒20を設けず熱電対18を挿入するだけ、もしくは、温度変化測定用に非円筒の薄片(不図示)を用いてもよい。さらに、ヒーター1a又は1bに直接熱電対41を取り付けても構わない。この装置においても潜熱による温度変化 $\Delta T$ を検出し、るつばの降下速度を遅くしたり、冷媒の流量を増大させて、結晶成長速度とるつば降下速度の差を制御する。

【0134】 (実施形態3) 図18は、本発明に係る装置の第三の実施形態を示す模式的な断面図であり、熱電対に代えて放射温度計を用いてるつばの温度を測定し、るつば引き下げ速度を制御する点が第一の実施形態1と異なる。

【0135】 図18の装置では、チャンバに放射温度計用の窓21を設け、窓21を通して放射温度計22でるつば3の温度を検出する。カーボンや原料から放出される粉塵やガスが放射温度計用の窓21に付着しないように、ヒーター1aと窓21の距離を適宜調整する。るつば3の温度が測定できるように、断熱材15とヒーター1aには小穴が開けられ直接、るつば3が窓21からみえるようになっている。

【0136】 放射温度計22で測定された温度は制御装置6に送られ、前述した実施形態1、2と同様に信号処理され、るつば3の引き下げ速度が制御される。

【0137】 (実施形態4) 図19A、19Bは、本発明に係る装置の第四の実施形態を示す模式的な断面図であり、放射温度計を用いてるつばの底の温度を検出



し、るつぼ引き下げ速度を制御する点が実施形態 3 と異なる。図 19A は装置全体を示す図面であり、図 19B は放射温度計近傍を拡大した部分拡大図である。

【0138】図 19A、19B の装置では、るつぼ 3 の支持棒 7 の下部に放射温度計 22 用の窓 21 が設けられ、るつぼ 3 の底の温度が測定できるようになっている。また、放射温度計用の窓 51 にカーボンが附着し、るつぼ 3 の温度を測定するつもりで窓 21 の直前には、シャッター 53 が取り付けられ、測定時のみ開かれ、るつぼ 3 の底の温度が測定される。そして、実施形態 1 ~ 3 と同じように、潜熱による温度変化  $\Delta T$  を検出し、その検出情報に従って結晶成長炉を制御する。

【0139】（実施形態 5）図 20 は、本発明に係る装置の第五の実施形態 5 を示す模式的な断面図である。この装置は、潜熱による温度変化  $\Delta T$  を測定し、その値と式 (7) から固液界面の高さ  $y(t)$  を求めて、固液界面付近のヒーター温度を変更することにより結晶成長炉を制御する点が特徴である。

【0140】上記従来技術で述べたように、過冷却領域が現れると固液界面の位置が融点の位置とずれてくる。そのため本例の装置では固液界面付近の温度を測定する。

【0141】図 20 に示すように、ヒーター 1 は複数に分割され、各々のヒーター 1a ~ 1g に電源 2a ~ 2g が取り付けられ、電源 2a ~ 2g は制御装置 6 によって制御される。これにより、るつぼ 3 内の原料 4 を任意の温度分布に制御できる。さらに、ヒーター 1 とるつぼ 3 との間には熱電対 18 が挿入されている。チャンバ 31 の底にはベローズ 30 が取り付けられ、ベローズ 24 の反対側のフランジから熱電対 18 が大気中に取り出されている。さらに、熱電対 18 を取り出しているフランジは、熱電対昇降機 25 に固定されており、熱電対 18 はチャンバーに対して上下移動可能な構造となっている。

【0142】結晶成長が始まると潜熱による温度変化  $\Delta T$  が検出され、その測定結果が制御装置 6 に送られると式 (7) で固液界面の高さが求められ、熱電対 18 の測温点である先端が固液界面の位置にくるように、制御装置 6 から熱電対昇降機構 25 に指令が出され熱電対 18 が上下される。このようにして測定された固液界面付近の温度が融点より低い場合は、過冷却領域が発生している可能性が高いので、結晶成長が進行し融点の温度の位置に固液界面がくるまで、るつぼ 3 の引き下げが停止される。更に、固液界面付近のヒーター（例えばヒーター 1e）の温度を下げ、固液界面付近の温度勾配を大きくして結晶成長の進行を促し、融点の温度の位置に固液界面が存在するようにして過冷却領域を小さくしてもよい。

【0143】また、固液界面付近の温度勾配が適切な値になるように、固液界面の上下（例えば 1d と 1e）のヒーター 1 の入力を制御し、過冷却領域を小さくしても

よい。この場合、複数の熱電対を図中上下方向に配置すれば、固液界面の温度と同時に温度勾配も測定でき、さらに効率的である。

【0144】本形態では、上下可能な熱電対 18 をるつぼ 3 とヒーター 1 との間に配設して、固液界面の温度を測定したが、るつぼ 3 の側壁に複数の熱電対（不図示）を固定してもよい。固液界面の位置と熱電対の先端多少ずれている場合には、複数の測定値から補間処理を行い固液界面の温度を求めるのが望ましい。

10 【0145】以上、本発明に係る装置例を示したが、全ての実施形態において所望の温度分布が達成できるのであれば、図示したヒーターの構造にはよらない。例えば、実施形態 5 では、複数に分割されたヒーターの例を示したが、上下 2 分割されたヒーターでも構わないし、下部のヒーターがなく反射板によって所望の温度分布を作ってもよい。さらに、反射板の代わりに冷却水が流された冷却筒でもよい。

【0146】同様に、本発明に係る装置は、図 19 の (a) に示したようなディスク型や、るつぼの底が円柱の構造図 16 に示したような、円錐-円柱構造のるつぼ、あるいはるつぼの途中で直径が変化しているものなど、全てのるつぼに適用できる。

【0147】以上説明したように、本発明の実施の形態 1 ~ 5 によれば、結晶の成長速度を測定しながら結晶の作製が可能となるので、るつぼ引き下げ速度と成長速度とを一致するように制御できる結晶作製装置及び結晶作製方法が得られる。特に、本発明に係る装置及び方法によれば、過冷却領域が小さくなるように制御できるので、寄生結晶の発生が防止され、大面積で良質な結晶を安定して作製することが可能となる。

30 【0148】又、その為に、熱電対や放射温度計ペルチェ素子等により検出された原料温度から、温度変化を検出し、その温度変化より潜熱の発生を検出することができ。

【0149】（実施形態 6）図 21 に本実施の形態による結晶物品の製造装置を示す。基本的な構造は図 16 に示した装置と同じであり、図 16 と同じ構成要素には同じ符号を付している。

【0150】図 16 の装置と異なる点は、ヒーター 1a の外側に、ヒーター 1a と離れた円筒部材 20 を設け、その内部と外側にそれぞれ熱電対のような温度検出器 18 を設けた点である。

【0151】ヒーター 1a で発生した熱は、温度測定用の円筒 20 を暖め、その円筒 20 の外側から断熱材 15 と真空チャンバ 14 を通して、熱は大気へ放出される。従って、度測定用の円筒 20 の内側と外側に取り付けられた熱電対 18 によって、熱流速が測定できる。

【0152】ヒーター 1a、16 に電力が供給され、るつぼが暖められ内部の  $\text{CaF}_2$  のような原料が十分融解するまでその状態が保持される。原料が十分融解し安定

するまで、ヒーターのパワーを一定にしてから数時間から数日かかる。この間、るつぼ3の底部に取り付けられた熱電対18によってるつぼ3の底の温度が測定され、測定データが計測器26を通して、温度データが制御装置6に送られ、るつぼ3の温度が記録されている。原料が十分融解し安定したかどうかは、るつぼ3の温度が一定になったか否かで判断する。

【0153】もし、るつぼの中心の温度が最も低い状態、即ちるつぼの等温温度曲線が、上に凸の状態でない場合は、制御系6がヒーターの電源2aにヒーター1aの電力を増加させるように指令を出すと同時にるつぼ支持棒の冷却能力を増加させるために、流量調製バルブ12に流量を増加させる指令を出す。

【0154】上に凸の温度分布を保ったまま原料を固化させるためにるつぼ3を引き下げないように制御装置6から昇降機構13に指令が出される。そのときのるつぼ引き下げ速度は0.1mm/時間から10mm/時間であるが、るつぼの中心のほうが周囲に比べ冷却しにくいために、引き下げ速度が大きすぎると中心の温度減少が追いつけなくなり等温温度曲線が上に凸の状態を保てなくなるので、るつぼ引き下げ速度を小さくする。

【0155】結晶成長が開始されると、熱流速に図8の時刻t1でみられるような変化があらわれる。もし、融点に達しても結晶成長が開始されない場合は、過冷却が生じている可能性があるため、るつぼ引き下げ速度を小さくし、過冷却領域を小さくしなければならない。さらに、支持棒の内部の冷却媒の流量を増加させるなどの制御を行なうことで、結晶成長の開始を促してもよい。結晶成長が行なわれ、潜熱等によってるつぼの等温温度曲線が上に凸の状態を保てなくなったら、前述の様な操作が行なわれ、常に等温温度曲線が上に凸の状態を保つ。

【0156】次に、図8の時刻t2の状態に入ったら、結晶の成長速度を一定に保つ。温度測定用の円筒20の内側と外側に取り付けた2本の熱電対18から、測定器26を通して制御装置6に送られてきたデータをもとに、結晶成長速度( $\Delta h/\Delta t$ )を求める。もし、結晶成長速度がるつぼ引き下げ速度より低くなった場合、るつぼ3の引き下げ速度が結晶成長速度と一致するように、るつぼの昇降機構13に制御装置6から指令を出し、るつぼ引き下げ速度を遅くする。

【0157】このようにして、時刻t4まできたら結晶成長が完了する。ここで、時刻t3で結晶成長速度( $\Delta h/\Delta t$ )が変化しているが、これは結晶の終点であるので、t3では引き下げ速度が遅くならないようにする。結晶成長速度が小さくなったときに、時刻t1からるつぼが下がった距離が垂直方向のるつぼ長さと等しければ、結晶の終点と判断する。

【0158】るつぼ内の等温温度曲線がわずかに上に凸の分布を高精度に作るために必要に応じて、るつぼの側面

やるつぼの底部に複数熱電対を設置してもよい。

【0159】(実施形態7)図22は、るつぼの熱が、るつぼの支持棒を通して外部へ放出される熱流速を検出しようとするものである。支持棒7では、温度勾配は、上は高く下が低くなるようにしているため、熱電対18は、支持棒の上下方向に離して設置する。

【0160】この装置においても潜熱による熱流速を検出し、その検出情報を基に、結晶成長炉を制御する。

【0161】具体的には、潜熱による熱流速が検出された場合、るつぼの引き下げ速度を時刻t1で遅くなるように変更したり、るつぼの底の中心を局所的に冷却したり、るつぼを振動させたりすればよい。

【0162】(実施形態8)図23は本実施形態による結晶物品の製造装置を示す。基本的な構造は前出の実施形態と同じである。この装置の特徴は以下のとおり。

【0163】るつぼの支持棒7の周囲に、温度測定用の円筒20aと20bを上下方向に配し、その円筒間の温度差が測定できるようになっている。温度測定用円筒20aと20bの間には、素線27bが接続されており、温度測定用の円筒20aと20bには、それぞれ素線27aが接続されその端は電圧計28に接続されている。素線27aと27bは材質が異なり、温度測定用の円筒20aと20bの温度が異なれば、素線27aの両端に熱起電力が生じることは、周知の通りである。この熱起電力は、温度測定用の円筒20aと20bの温度差に対応しているため、熱起電力を電圧計28で測定すれば、直ちに温度差が求められ、熱流速が求められる。よって、この装置の動作は以下になる。

【0164】るつぼ3を一定速度で引き下げている途中で、潜熱による熱流速が検出された場合には、熱流速の情報から結晶成長速度を求め、結晶成長速度とるつぼの引き下げ速度が一致するようにるつぼの引き下げ速度を一旦遅くする。その後は、得られた結晶成長速度と同じ速度になるようにるつぼの引き下げを行う。

【0165】以上説明した実施形態6~8においては、温度検出器として熱電対を用いたが、これにかぎられるわけではなく、放射温度計や抵抗温度計でもよい。

【0166】このように温度検出器18、27a、27bと計測器26、電圧計28、更には制御装置からなる検出手段により、熱流速の測定から潜熱の発生を検出することができる。

【0167】全ての実施形態は所望の温度分布が達成できるのならば、ヒーターの構造によらない。例えば、複数に分割されたヒーターの例を示したが、下部のヒーターを反射板に代えて所望の温度分布を作ってもよい。さらに、反射板の代わりに冷却媒が流された冷却筒でもよい。

【0168】同様に、ディスク型や、るつぼの底が円筒の構造、円錐-円柱構造のるつぼ、あるいはるつぼの中間で直径が変化しているものなど、全てのるつぼに本発

明は適用できる。

【0169】（実施形態9）図24の（a）は、本発明に係る装置の第一の実施形態を示す模式的な断面図であり、炉内の温度が高い第1の領域（高温領域）と温度が低い第2の領域（低温領域）に分けられ、それぞれ独立したヒーターによって温度が制御されている炉に、本発明を適用した場合である。

【0170】図24の（a）において、1aと1bはそれぞれ第1と第2のヒーター、2aと2bは第1と第2のヒーター用電源、3はるつぼ、4はるつぼ内に入れられた原料、5はディスク、6は制御系、7はるつぼ支持棒、8はるつぼ下の断熱材、9は冷却水用の配管、10は冷媒用流路、11は冷媒流入口、12は流量調節バルブ、13は支持棒を通してるつぼを引き下げる昇降機構、18は熱電対、31は熱電対のシース部、32は熱電対の接続部、33は熱電対のリード線、29は熱電対に接続された測定器、34は熱電対収納フランジ、35は熱電対取り出し用のフィードスルー、14は真空チャンバ、15は断熱材、16は排気ポート、17は排気口、30はベースプレートである。

【0171】ステンレス等の金属からなる真空チャンバ14は、排気ポート16を通して排気口17から真空中に引かれチャンバ内の圧力は $1.33 \times 10^{-4} \text{ Pa} \sim 1.33 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ に保たれる。断熱材15は真空チャンバ14の内壁に取り付けられ、ヒーター1a、1bで発生した熱が外部に逃さない構造となっている。ヒーター1aと1bはカーボン等からなり、それぞれの電源2a、2bを通して通電することで発熱する。さらに、発生した熱はヒーター1a、1b内に置かれたるつぼ3に輻射によって供給される。るつぼ3は結晶の原料4と反応しないカーボン等の物質からなる。るつぼ3内には、フッ化カルシウムのような結晶の原料4が入れている。さらにその下にくるつぼ3を支える支持棒7が取り付けられている。支持棒7は昇降機構13に取り付けられ、昇降機構13は制御装置6の指示によって駆動制御され、るつぼ3が上下される。

【0172】発熱体であるヒーター1a、1bとは別の温度制御機構として、るつぼ支持棒7の内部に冷媒用流路10が設けられている。流入口11から流入した冷媒は、制御バルブ12を通して、流路10内に流入し支持棒7の内部を通過しながら支持棒の熱を奪い排出口から排出される。冷媒による冷却能力は、一般には冷媒の温度と流量によって決まるが、本例は流量を流量調節バルブ12を制御系6で制御することで冷却能力が決定されるものとする。従って、るつぼの中心の温度が高すぎる場合は、流量調節バルブ12を開くことによって冷却能力を増加させ、るつぼの中心の温度を下げる事が可能である。

【0173】熱電対18は、シース部31とリード線33、シース部31とリード線33を接続する接続部32

から構成されている。シース部31の先端が感温部となっており温度測定が必要な箇所に適宜取り付けられる。特に、本例ではFig. 24Bに示すようにるつぼ3の面内の温度分布を測定するために、るつぼの底面の半径方向に複数本取り付けられた。これは、るつぼ3の底のみならず、ディスク5にも穴が開けられ複数本取り付けられて、温度分布が測定可能となっている。必要に応じて、るつぼの側面にも熱電対を取り付けても構わない。同様に結晶の成長方向と交差する面としてディスク5にも少なくとも3つの熱電対を取り付けている。

【0174】また、ベースプレート30には冷媒用の配管9が取り付けられ、ヒーターに電力が投入されている状態でもベースプレート30の温度は所望の一定温度に保持されるようにした。ベースプレート30の下部が、熱電対収納フランジ34の内部に位置するようにシース部31の長さを決めた。熱電対収納フランジ24は、一定温度に保持されているベースプレート30に取り付けられていると同時に、外部に冷媒用配管9が取り付けられ温度が上昇しない構造とした。このため、シース部に比ベガスに対する耐食性や耐熱性が低いリード線33は、腐食性ガスや高温に曝されることがなく、測定に耐えられる構造となっている。その際、熱電対収納フランジ34の大きさは、るつぼ3の下降が終了しても接続部32がフィードスルー27に当たることがないようにした。

【0175】リード線33はフィードスルー35を通してチャンバ14の外へ取り出される。図24の（a）のフィードスルー35は、図15に示すように、リード線33を貫通させた円筒形のフィードスルー42、フィードスルーフランジ43及びOリング44から構成される。円筒形のフィードスルー42は絶縁物質でできており、リード線33を貫通させるための穴（不図示）が2個開けられており、その穴は絶縁性接着剤で固められ、真空を封じる構造となっている。このため、チャンバ14内部が真空中に保たれる他、チャンバ14の内外で温度差が生じても温度測定誤差が生じない構造となっている。そして、チャンバ14の外に取り出されたリード線33は、温度測定器29に接続され、得られた情報は制御装置6へ送られる。

【0176】るつぼ支持棒7内の流路10に流す冷却媒体としては水が用いられるが、水の沸点は $100^\circ\text{C}$ であり、 $100^\circ\text{C}$ より高い温度を制御したい場合には、冷却油等を使用してもよい。

【0177】次に、上記構成からなる装置の動作について説明する。

【0178】まず、ヒーター1a、1bに電力が供給され、るつぼ3が温められ内部の原料4が十分融解するまでその状態が保持される。原料4が例えば、 $\text{CaF}_2$ の場合、十分融解し安定するまで、ヒーターのパワーを一定にしてから数時間から数日かかる。この間、るつぼ3

の底部に取り付けられた複数の熱電対18によってるつぼ3の底の温度が測定され、測定データが計測器29を通して、温度データが制御装置6に送られ、るつぼ3の温度が記録されている。原料が十分融解し安定したかどうかは、るつぼ3の温度が一定になったら安定したものとする。

【0179】もし、るつぼ3の中心の温度が最も低い状態でない場合、即ちるつぼ3の等温温度曲線が上に凸の状態でない場合は、制御装置6がヒーターの電源2aにヒーター1aの電力を増加させるように指令を出すと同時にるつぼ支持棒7の冷却能力を増加させるために、流量調整バルブ12に流量を増加させる指令を出す。

【0180】上に凸の温度分布を保ったまま原料4を固化させるために、るつぼ3に取り付けられた複数の熱電対によって、るつぼ3の底またはディスク5の面内の温度が常時測定されながら、るつぼ3を引き下げるように制御装置6から昇降機構13に指令が出される。そのときのるつぼ引き下げ速度は0.1mm/時間から10mm/時間であるが、るつぼ3の中心の方が周囲に比べ冷却しにくいために、引き下げ速度が大きすぎると中心の温度減少が追いつかなくなり等温温度曲線が上に凸の状態を保てなくなる。そのるつぼ引き下げ速度を小さくする。るつぼ3が引き下げられる。図25のように柔軟性があるリード線33が曲げられて、下降した距離だけ、リード線の余り分を吸収されることになる。そのため、熱電対18のシース部31に不要な力が加わることが無いので、熱電対22が破損したりるつぼ3の下降を熱電対が妨げることがない。

【0181】結晶成長が開始されると、るつぼ3の温度に図5の(a)の時刻 $t_1$ で見られるような温度変化が現れる。もし、融点に達しても結晶成長が開始されない場合は過冷却が生じている可能性があるため、るつぼ引き下げ速度を小さくし、過冷却となる領域を小さくしなければならぬ。ここで、潜熱等によってるつぼ3の等温温度曲線が上に凸の状態を保てなくなったら、前述のような操作が行われ、常に等温温度曲線が上に凸の状態を保つ。

【0182】次に、図5Aの時刻 $t_2$ の状態に入ったら、るつぼ3の底全体で結晶成長が起きているので、等温温度曲線を平らするように冷却水の流量と引き下げ速度を制御する。しかし、この場合でも、るつぼ壁で生じた寄生結晶がるつぼ3の中心に向かって成長するのを防ぐために、るつぼ3の周辺部分の温度を若干低い状態に保つ。このようにして、時刻 $t_1$ まできたら1段目のるつぼの結晶成長が完了する。

【0183】更にるつぼ3を引き下げると2段目のるつぼの結晶成長が始まるので、結晶成長がるつぼ底全面で開始されるまでは上に凸の温度分布を保ち、その後、平坦な温度分布にするなど1段目と同様な操作を行う。

【0184】本例では、ディスク型と呼ばれるるつぼに

本発明を応用した例で説明したが、ディスクが入っていないるつぼや底が円錐形のるつぼに適用できることは言うまでもない。

【0185】(実施形態10) 図26は、本発明の実施形態10による装置を示す模式的な断面図であり、熱電対収納フランジを排気ポート16が兼ねる構造とした点が実施形態9と異なる。

【0186】図26の装置では、排気ポート16の下部に熱電対取り出し用のフィードスルー35が取り付けられ、熱電対のリード線33がチャンバ14の外部へ取り出されている。さらに、排気ポート16の外周に冷却配管9を設けて温度が上がらないようにしている。このため、接続部32やリード線33の温度が上昇せず、るつぼ3が下降した場合、リード線33がたわむことでるつぼ3の下降した距離を吸収する。

【0187】しかし、排気ポート16の温度が低くても、熱電対の接続部32やリード線33が、下部のヒーター1bのるつぼ下の断熱材8からの輻射によって、許容温度を越えることがある。そのため、これらの直接の輻射を避けるために、接続部32の上方のるつぼ支持棒7に遮蔽板36が取り付けられている。この遮蔽板36を設けたことによって、接続部32やリード線33が許容温度を越えることがない。遮蔽板36内部に冷却水を循環させてもよい。

【0188】図26では、遮蔽板36としてるつぼ支持棒7に取り付けられたものを示したが、遮蔽板36は熱電対の接続部32の直上にあるシース部31に取り付けてもよい。このような遮蔽板36としては、輻射率の小さいものが効果が高くアルミニウムやステンレス等からなる金属板や箔が好適である。

【0189】また、結晶成長中の排気ポート16内はかなりカーボン塵等で汚染されている。そのため、円筒形フィードスルー42を封じているOリング44にカーボン膜が付着し真空が破れやすくなったり、フランジ面でのリード線間の短絡がおきる可能性がある。これを防止するため本例では、前記円筒形フィードスルー42が取り付けられるチャンバ14側のフランジ面を、重力に対して垂直方向もしくは該垂直方向から重力方向に傾けて配置した。

【0190】(実施形態11) 図27は、本発明の実施形態11による装置を示す模式的な断面図であり、るつぼ支持棒7の内部に熱電対18を通す構成とした点が実施形態9と異なる。

【0191】図27の装置では、支持棒7の下部に熱電対取り出し用のフィードスルー35が取り付けられ、熱電対のリード線33が真空の外へ取り出されている。また、支持棒7の低温部の位置に、シース部31とリード線33の接続部32かくるように熱電対の長さを調節した。このような構成は、るつぼ3を回転させる場合に特に有効である。

【0192】（実施形態12）図28は、本発明の実施形態12による装置を示す模式的な断面図であり、るつぼ3に取り付けた熱電対18をチャンバ14から取り出すためのフランジ37が、るつぼ3とともに移動する構成とした点が第一の実施形態と異なる。

【0193】図28の装置では、フランジ37は、ベースプレート30とフランジ37の間にベローズ38が介され、さらに、るつぼ支持棒7がフランジ37に固定されている。この構成においてるつぼ3を引き下げると、図29に示すように、ベローズ38が伸長しるつぼ3の移動量による熱電対18がたわまないようになって

いる。  
【0194】また、図28、29では、熱電対18のシース部31がフランジ37に固定されているが、図24Aのように、熱電対18のシース部31と接続部32、リード部33の一部を真空内に入れて、リード部33のみをチャンバ31の外へ取り出してもよい。

【0195】以上、全ての実施形態において原料としてはフッ化カルシウム、フッ化リチウム等が用いられフッ化物結晶の製造に用いられる。

【0196】さらに、るつぼの移動に伴う熱電対のたわみをリード線で吸収するように、熱電対のシース部とリード部の接合部が500℃以下となる位置にくるようにしたことを特徴とした熱電対の構造は、るつぼ以外の移動物体にも広く適用できるものである。例えば、薄膜形成装置や不純物注入装置等の高温で腐食性ガスを使用する処理装置等に使用できる。

【0197】以上説明したように、本実施形態9～12によれば、結晶成長方向と垂直な面内の温度分布が上に凸の等温温度線となるように制御できる。その結果、過冷却領域が小さくなるように制御できるので、寄生結晶の発生が防止され、大面積で良質な結晶を安定して作製することが可能となる。又、この熱電対や温度測定装置により、精度の高い温度検出を行うことができる。

【0198】本発明によるフッ化物結晶の製造方法について説明する。図16～29に示したような結晶成長装置を用意する。るつぼ3内にフッ化物原料を入れる。ヒーター1a、1bに通電し、フッ化物原料を融解し、炉内の温度が経時変化せず一定になるのをまつ。

【0199】熱電対等の温度検出器により原料の温度をモニターしながら（実際にはるつぼやヒーターの温度を検出しながら）るつぼを下方に移動する。

【0200】ここで、温度検出器としては、Taシース管、Taアロイシース管、アルミナ保護管を有する熱電対が好ましいが、放射温度計や、ペルチエ素子を用いてもよい。又、検出器は、結晶成長方向と交差する面に複数設けるとよい。

【0201】潜熱による温度変化が検出されたならば、結晶成長速度及び又は固液界面の位置を求めて、結晶成長速度が変動しないように、又は固液界面の位置が変動

しないように結晶成長炉を制御する。最も単純な方法は、るつぼの引き下げ速度を一旦遅くすることである。その他の方法は前述したとおりである。

【0202】以下、同様に結晶成長速度や固液界面の位置が変動しないようにるつぼの引き下げ速度を制御する。

【0203】こうして、大口径で均一性に優れたフッ化物結晶を得ることができる。

【0204】

10 【発明の効果】本発明によれば寄生結晶が発生し難く、均一な屈折率分布を呈し得る結晶物品の製造装置及び製造方法を提供することができる。

【0205】また、本発明によれば、結晶成長させる原料の温度制御性に優れた結晶物品の製造装置及び製造方法を提供することができる。

【0206】更に、本発明によれば温度検出器の耐久性が向上し、高精度で温度検出が行える熱電対又は温度測定装置或いは結晶物品の製造装置及び製造方法を提供することができる。

20 【図面の簡単な説明】

【図1】従来の結晶成長装置の模式的断面図である。

【図2】結晶成長炉の温度分布を示す図である。

【図3】別の従来の結晶成長装置の模式的断面図である。

【図4】原料の坩堝底からの高さとの温度の関係を示す図である。

30 【図5】（a）結晶成長処理中の原料の温度の経時変化と、（b）結晶成長処理中の原料の潜熱による温度変化 $\Delta T$ と時間との関係と、（c）単位時間あたりの温度変化 $\Delta T$ のグラフを示す図である。

【図6】温度変化 $\Delta T$ と時間との関係を示す図である。

【図7】結晶成長速度を説明するための模式図である。

【図8】熱流速と時間との関係を示す図である。

【図9】固液界面の様子を示す模式図である。

【図10】ディスクにより上下が仕切られた坩堝を用いた結晶成長処理中の原料の温度の経時変化を示す図である。

【図11】温度検出器としての熱電対の一例を示す模式図である。

40 【図12】本発明に用いられる温度検出器としての熱電対の1例示す模式図である。

【図13】熱電対のフィードスルーの構造を示す模式的断面図である。

【図14】別の熱電対のフィードスルーの構造を示す模式的断面図である。

【図15】本発明の熱電対のフィードスルーの構造を示す模式的断面図である。

【図16】本発明の1実施の形態による結晶成長装置の模式的断面図である。

50 【図17】本発明の1実施の形態による結晶成長装置の

模式的断面図である。

【図18】本発明の別の実施の形態による結晶成長装置の模式的断面図である。

【図19】(a) 本発明の別の実施の形態による結晶成長装置の模式的断面と、(b) 本発明による温度検出器の取り付け構造を示す図である。

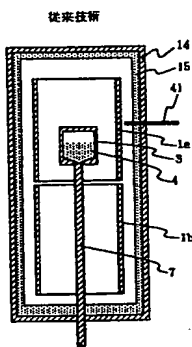
【図20】本発明の別の実施の形態による結晶成長装置の模式的断面図である。

【図21】本発明の別の実施の形態による結晶成長装置の模式的断面図である。

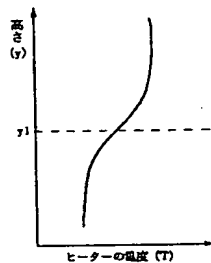
【図22】本発明の別の実施の形態による結晶成長装置の模式的断面図である。

【図23】本発明の別の実施の形態による結晶成長装置の模式的断面図である。

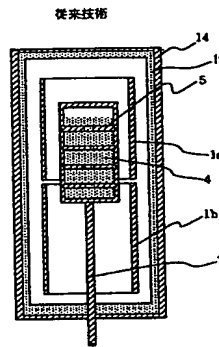
【図1】



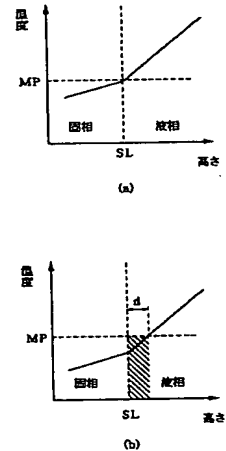
【図2】



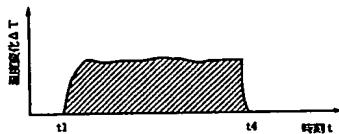
【図3】



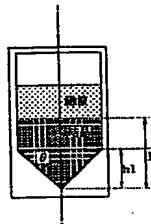
【図4】



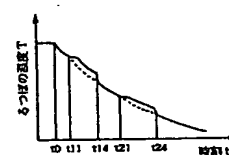
【図6】



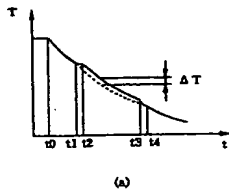
【図7】



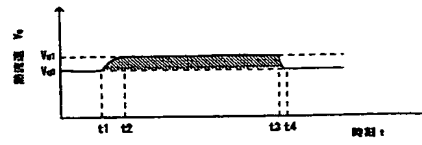
【図10】



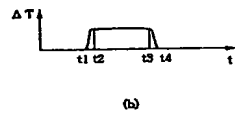
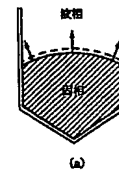
【図5】



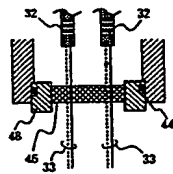
【図8】



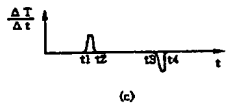
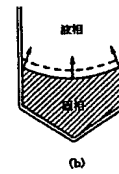
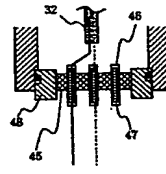
【図9】



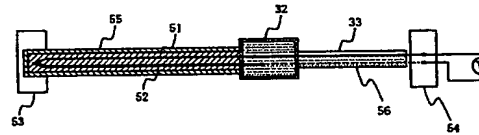
【図13】



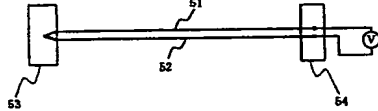
【図14】



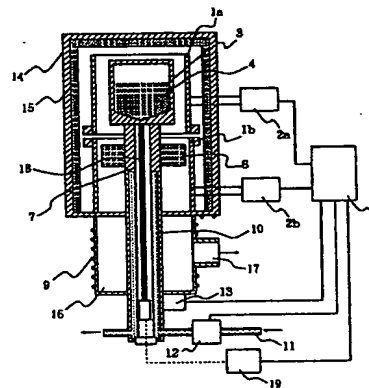
【図12】



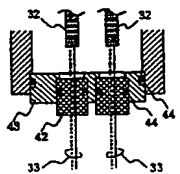
【図11】



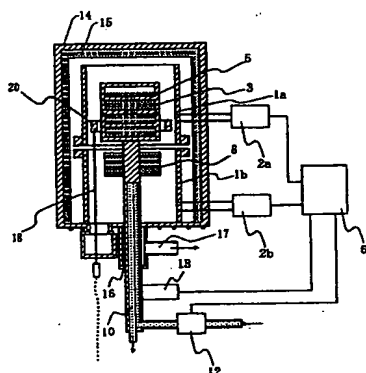
【図16】



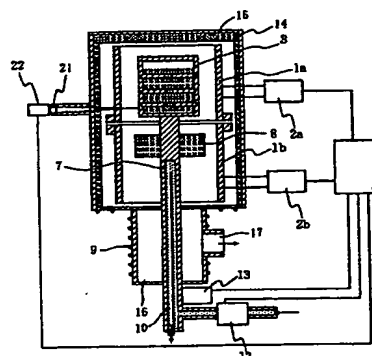
【図15】



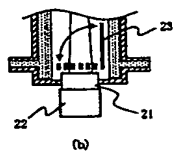
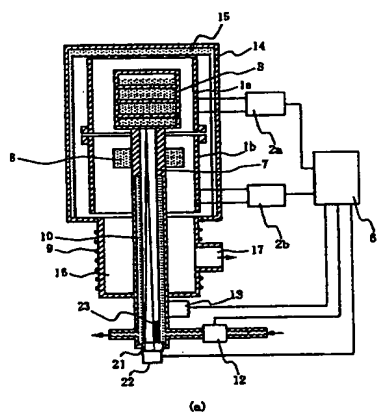
【図17】



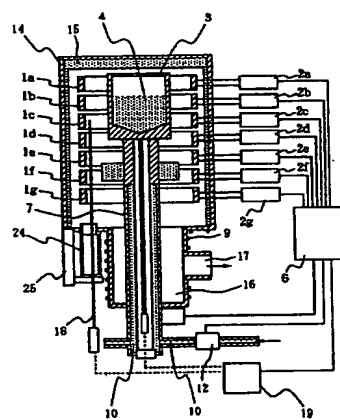
【図18】



【図19】

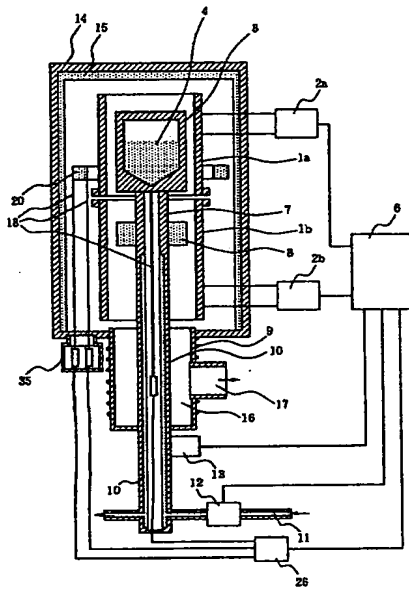


【図20】

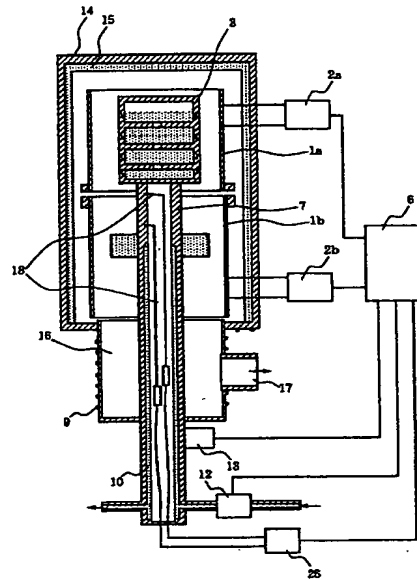




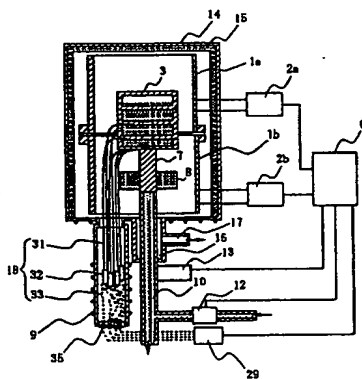
【図21】



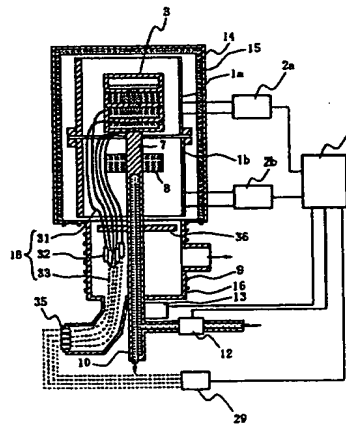
【図22】



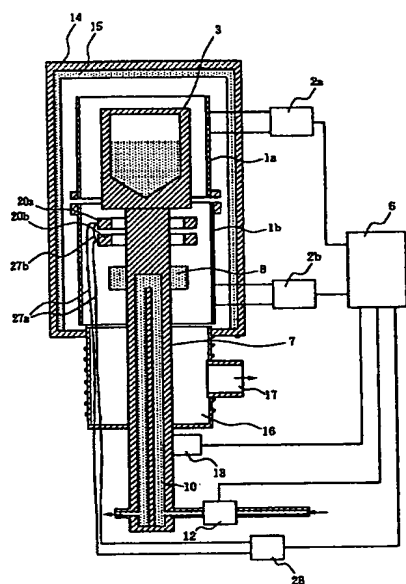
【図25】



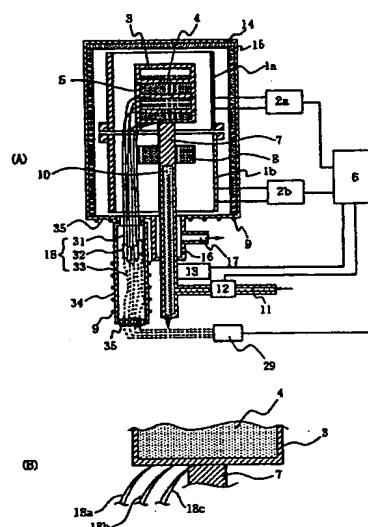
【図26】



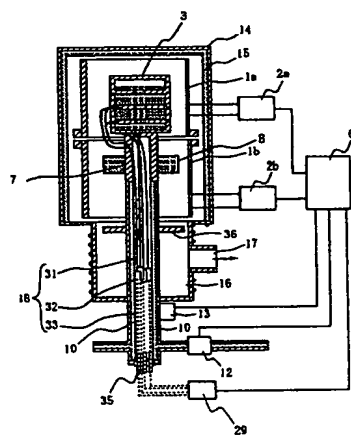
【図23】



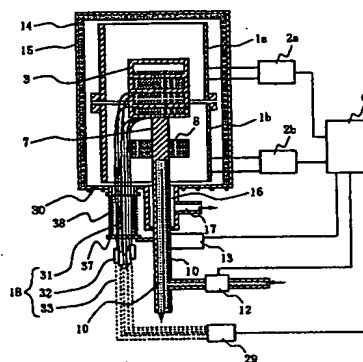
【図24】



【図27】



【図28】



【図 29】

